



Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего образования
«Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ТПУ)

Школа Инженерная школа ядерных технологий

Направление подготовки 03.03.02 «Физика»

Отделение школы (НОЦ) Отделение экспериментальной физики

БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА

Тема работы
Сорбция и захват водорода циркониевым сплавом Э110 с поверхностным модифицированным слоем, сформированным методом высокоинтенсивной ионной имплантации титана

УДК 669.295:537.311.322:539.1:699.295

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
150Б51	Чжоу Цзысянь		

Руководитель ВКР

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор	Никитенков Николай Николаевич	д.ф.-м.н.		

Консультант

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент	Кашкаров Егор Борисович	к.ф.-м.н.		

КОНСУЛЬТАНТЫ ПО РАЗДЕЛАМ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Конотопский Владимир Юрьевич	к.э.н.		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель ООД ШБИП	Скачкова Лариса Александровна			

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Руководитель ОЭФ	Лидер А.М.	д.т.н., доцент		

Томск – 2019 г.

Запланированные результаты обучения по программе

Код результата	Результат обучения (выпускник способен)	Требования ФГОС, критериев и/или заинтересованных сторон
<i>Общекультурные компетенции</i>		
P1	Использовать основные этапы и закономерности исторического развития общества, основы философских, экономических, правовых знаний для формирования мировоззренческой, гражданской позиций и использования в различных сферах жизнедеятельности	Требования ФГОС3+ (ОК-1, ОК-2, ОК-3, ОК-4)
P2	К самоорганизации и самообразованию, работать в коллективе, к коммуникации в устной и письменной формах, в том числе на иностранном языке, толерантно воспринимать социальные, этические и культурные различия, использовать методы и средства физической культуры, приёмы первой помощи и методы защиты в условиях ЧС.	Требования ФГОС3+ (ОК-5, ОК-6, ОК-7, ОК-8, ОК-9)
<i>Общепрофессиональные компетенции</i>		
P3	Использовать в профессиональной деятельности базовые естественнонаучные знания, современные концепции и ограничения естественных наук, использовать фундаментальные знания разделов общей и теоретической физики, математики для создания моделей и решения типовых профессиональных задач, в том числе с использованием знаний профессионального иностранного языка.	Требования ФГОС3+ (ОПК-1, ОПК-2, ОПК-3, ОПК-7)
P4	Понимать сущность и значение информации, соблюдать основные требования информационной безопасности, использовать методы, способы, средства получения и хранения информации, решать стандартные задачи на основе информационной и библиографической культуры.	Требования ФГОС3+ (ОПК-4, ОПК-5, ОПК-6)
P5	Получить организационно-управленческие навыки при работе в научных группах, критически переосмысливать накопленный опыт, изменять при необходимости профиль	Требования ФГОС3+ (ОПК-8, ОПК-

	своей профессиональной деятельности, нести ответственность за последствия своей инженерной деятельности.	9)
<i>Профессиональные компетенции</i>		
Р6	<u>Научно-исследовательская деятельность</u> Проводить научные теоретические и экспериментальные исследования в областях: материаловедения, атомной и ядерной физики, водородной энергетики, физики плазмы с помощью современной приборной базы с использованием специализированных знаний физики и освоенных профильных дисциплин.	Требования ФГОСЗ+ (ПК-1, ПК-2)
Р7	<u>Научно-инновационная деятельность</u> Применять на практике профессиональные знания теории и методов физических исследований, а также профессиональные знания и умения в результате освоения профильных дисциплин для проведения физических исследований в инновационных областях науки, используя современные методы обработки, анализа и синтеза информации.	Требования ФГОСЗ+ (ПК-3, ПК-4, ПК-5)
Р8	<u>Организационно-управленческая</u> Использовать на практике теоретические основы организации и планирования физических исследований, участвовать в подготовке и составлении научной документации по установленной форме, понимать и применять на практике методы управления в сфере природопользования	Требования ФГОСЗ+ (ПК-6, ПК-7, ПК-8)
Р9	<u>Педагогически-просветительская</u> Проектировать, организовывать, анализировать педагогическую деятельность, владеть последовательностью изложения материала с использованием междисциплинарных связей физики с другими дисциплинами, участвовать в информационно-образовательных мероприятиях по пропаганде и распространению научных знаний	Требования ФГОСЗ+ (ПК-9)

<p>Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов</p> <p><i>(аналитический обзор по литературным источникам с целью выяснения достижений мировой науки техники в рассматриваемой области; постановка задачи исследования, проектирования, конструирования; содержание процедуры исследования, проектирования, конструирования; обсуждение результатов выполненной работы; наименование дополнительных разделов, подлежащих разработке; заключение по работе).</i></p>	<ul style="list-style-type: none"> – Обзор литературных источников; – Подготовка образцов; – Исследование структурно-фазового состояния циркониевого сплава после имплантации; – Анализ распределения элементов в поверхностном модифицированном слое; – Сравнение скорости поглощения водорода до и после имплантации; – Анализ выхода водорода из поверхностно-легированного сплава. – Анализ полученных результатов; – Заключение.
<p>Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы</p>	
<p>Раздел</p>	<p>Консультант</p>
<p>Социальная ответственность</p>	<p>Скачкова Лариса Александровна</p>
<p>Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение</p>	<p>Конотопский Владимир Юрьевич</p>

<p>Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику</p>	
--	--

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент	Кашкаров Егор Борисович	к.ф.-м.н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
150Б51	Чжоу Цзысянь		

**ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА
«ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И
РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»**

Студенту:

Группа 150Б51	ФИО Чжоу Цзысянь		
	Инженерная школа ядерных технологий		Отделение экспериментальной физики
Уровень образования	Бакалавр	Направление/специальность	03.03.02 Физика
Исходные данные к разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»:			
1. Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих			
2. Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования			
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:			
1. Планирование и формирование бюджета научных исследований			
2. Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования			
Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):			
1. Оценка конкурентоспособности технических решений			
2. Альтернативы проведения НИ			
3. График проведения и бюджет НИ			
4. Оценка ресурсной, финансовой и экономической эффективности НИ			

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	
---	--

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Конотопский Владимир Юрьевич	К.Э.Н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
150Б51	Чжоу Цзысянь		

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа	ФИО
150Б51	Чжоу Цзысянь

	Инженерная школа ядерных технологий		Отделение экспериментальной физики
Уровень образования	Бакалавр	Направление/специальность	03.03.02 Физика

Тема ВКР:

Сорбция и захват водорода циркониевым сплавом Э110 с поверхностным модифицированным слоем, сформированным методом высокоинтенсивной ионной имплантации титана.	
Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:	
1. Характеристика объекта исследования (вещество, материал, прибор, алгоритм, методика, рабочая зона) и области его применения	<p>Прибор: автоматизированный комплекс, установка для ионной имплантации;</p> <p>Рабочая зона: лаборатория в ТПУ;</p> <p>Материал: циркониевый сплав Э110</p> <p>Область применения: результаты работы могут быть использованы для разработки технологий защиты материалов на основе циркониевых сплавов от водородного охрупчивания.</p>
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:	
1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности: <p>— специальные (характерные при эксплуатации объекта исследования, проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства; организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны.</p>	<p>По данной теме рассматриваются законодательный и нормативные документы: инструкция № 2-25 по охране труда при выполнении работ на установке Gas Reaction Controller;</p> <p>Трудовой кодекс Российской Федерации от 30.12.2001 N 197-ФЗ (ред. от 27.12.2018);</p> <p>ГОСТ 12.2.032-78 ССБТ. Рабочее место при выполнении работ сидя. Общие</p>

	<p>эргономические требования.</p> <p>ГОСТ 12.2.033-78 ССБТ. Рабочее место при выполнении работ стоя. Общие эргономические требования.</p> <p>ГОСТ 12.2.049-80 ССБТ. Оборудование производственное. Общие эргономические требования.</p> <p>ГОСТ 21753-76. Система «человек-машина». Рычаги управления. Общие эргономические требования.</p>
<p>2. Производственная безопасность:</p> <p>2.1. Анализ выявленных вредных и опасных факторов</p> <p>2.2. Обоснование мероприятий по снижению воздействия</p>	<p>Анализ выявленных вредных и опасных факторов проектируемой производственной среды:</p> <ul style="list-style-type: none"> – производственный шум; – микроклимат; – напряжения в электрической цепи. <p>Применение малошумных технологий.</p>
3. Экологическая безопасность:	<p>Экологическая безопасность:</p> <ul style="list-style-type: none"> – влияние экспериментальных отходов на окружающую среду;
4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях:	<p>Защита в чрезвычайных ситуациях:</p> <ul style="list-style-type: none"> – возникновение возгорания; – ураганный ветер и ливневые дожди; – разработка действий в результате возникшей ЧС и мер по ликвидации её последствий.
Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель ООД ШБИП	Скачкова Лариса Александровна			

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
150Б51	Чжоу Цзысянь		

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
 федеральное государственное автономное образовательное учреждение
 высшего образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
 ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Школа Инженерная школа ядерных технологий

Уровень образования бакалавриат

Направление подготовки 03.03.02 «Физика»

Отделение школы (НОЦ) Отделение экспериментальной физики

Период выполнения _____

Форма представления работы:

бакалаврская работа

(бакалаврская работа, дипломный проект/работа, магистерская диссертация)

**КАЛЕНДАРНЫЙ РЕЙТИНГ-ПЛАН
 выполнения выпускной квалификационной работы**

Срок сдачи студентом выполненной работы:	
--	--

Дата контроля	Название раздела (модуля) / вид работы (исследования)	Максимальный балл раздела (модуля)
01.03.2018	Аналитический обзор литературы	15
01.09.2018	Подготовка образцов циркониевый сплава Zr-1Nb	15
30.12.2018	Исследование структурно-фазового состояния циркониевого сплава после имплантации и анализ распределения элементов в поверхностном модифицированном слое	20
30.04.2019	Анализ результатов	15
25.05.2019	Социальная ответственность	15
25.05.2019	Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	15
25.05.2019	Заключение	5

Составил преподаватель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент	Кашкаров Егор Борисович	к.ф.-м.н.		

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Руководитель ОЭФ	Лидер А.М.	Д.Т.Н.		

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа содержит 85 страницы, 20 рисунков, 18 таблиц, 42 литературных источника, 1 приложение.

Ключевые слова: циркониевый сплав, Э110, ионная имплантация, титан, наводороживание, термодесорбционная спектроскопия.

Объектом исследований являлся циркониевый сплав Э110 подвергнутый высокоинтенсивной ионной имплантации титана. С помощью рентгеновского дифрактометра «XRD-7000S» было исследовано структурно-фазовое состояние материала. С помощью оптической спектроскопии плазмы тлеющего разряда (GDOES) было исследовано распределение элементов в поверхностном модифицированном слое. С помощью автоматизированного комплекса Gas Reaction Controller LP были определены скорости сорбции водорода в сплаве циркония до и после ионной имплантации. Из полученных значений скорости сорбции и распределении водорода, а также данных о термостимулированном выходе водорода, проведена оценка влияния высокоинтенсивной ионной имплантации на наводороживание циркониевого сплава Э110.

Цель работы:

Установить влияние ионного легирования титаном поверхностных слоев циркониевого сплава на сорбцию и захват водорода модифицированным слоем.

Для достижения цели были поставлены следующие задачи:

1. Литературный обзор, включающий в себя водородное охрупчивание и методы повышения водородостойкости циркониевых сплавов.
2. Подготовка образцов циркониевого сплава с поверхностным легированным слоем.
3. Изучение кинетики сорбции водорода поверхностно-легированным сплавом.

4. Изучение распределения водорода в образцах.

5. Определение локализации водорода в модифицированном слое на основе данных термодесорбционной спектроскопии.

Область применения: результаты работы могут быть использованы для разработки технологий защиты материалов на основе циркониевых сплавов от водородного охрупчивания.

Оглавление

РЕФЕРАТ.....	10
Введение.....	15
ГЛАВА 1. Литературный обзор.....	19
1.1. Взаимодействие водорода с цирконием.....	19
1.1.1. Процесс поглощения водорода.....	20
1.1.2. Источники водорода в циркониевых сплавах.....	21
1.1.3. Система Zr-H.....	22
1.2. Методы повышения коррозионной и водородной стойкости.....	26
1.2.1. Нанесение защитных покрытий.....	27
1.2.2. Модифицирование поверхности пучками заряженных частиц.....	30
ГЛАВА 2. Материал и методы.....	35
2.1. Пробоподготовка.....	35
2.2. Установка для ионной имплантации.....	37
2.3. Рентгеновский дифрактометр «XRD-7000S».....	38
2.4. Оптическая спектрометрия плазмы тлеющего разряда.....	39
2.5. Автоматизированный комплекс Gas Reaction Controller.....	41
2.6. Термодесорбционный анализ.....	42
ГЛАВА 3. Экспериментальная часть.....	44

3.1. Структурно-фазовое состояние циркониевого сплава после имплантации.....	44
3.2. Распределение элементов в поверхностном модифицированном слое.....	46
3.3. Поглощение водорода циркониевым сплавом с модифицированным титансодержащим слоем.....	47
3.4. Термодесорбционный анализ наводороженных образцов.....	49
Глава 4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение.....	51
4.1. Планирование научно-исследовательских работ.....	51
4.2. Определение трудоемкости выполнения работ.....	53
4.3. Расчет сметы затрат на выполнение проекта.....	57
4.3.1. Расчет затрат на материалы.....	57
4.3.2. Расчет заработной платы.....	58
4.3.3. Расчет затрат на социальный налог.....	59
4.3.4. Расчет затрат на электроэнергию.....	59
4.3.5. Расчет амортизационных расходов.....	60
4.3.6. Расчет расходов, учитываемых непосредственно на основе платежных (расчетных) документов (кроме суточных).....	61
4.3.7. Расчет прочих расходов.....	62
4.3.8. Расчет общей себестоимости исследования.....	62
Глава 5. Социальная ответственность.....	63
5.1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности.....	63

5.1.1. Специальные (характерные для проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства.	63
5.1.2. Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны.	65
5.2. Профессиональная социальная безопасность.	66
5.2.1. Анализ вредных и опасных факторов, которые может создать объект исследования.	66
5.2.2. Анализ вредных и опасных факторов, которые могут возникнуть при внедрении разработки на производстве.	67
5.2.3. Обоснование мероприятий по защите персонала предприятия от действия опасных и вредных факторов.	70
5.3. Экологическая безопасность.	73
5.3.1. Анализ возможного влияния объекта исследования на окружающую среду.	73
5.3.2. Анализ влияния производственного процесса на окружающую среду.	73
5.3.3. Обоснование мероприятий по защите окружающей среды.	74
5.4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях.	75
5.4.1. Анализ вероятных ЧС, которые может инициировать объект исследований и возникнуть при производстве объекта исследования на производстве.	75
5.4.2. Обоснование мероприятий по предотвращению ЧС и разработка порядка действия в случае возникновения ЧС.	75
Заключение.	79
Список использованных источников.	80
Приложение 1.	85

Введение

Циркониевые сплавы (Э110, Э125, Э635 и др.) обладают высокой коррозионной стойкостью и низким сечением поглощения тепловых нейтронов, ввиду чего используются в качестве материала оболочек тепловыделяющих элементов (ТВЭлов) и других конструкционных материалов для водо-водяных энергетических реакторов. Однако при работе в реакторах циркониевые сплавы неизбежно поглощают водород с образованием хрупких гидридных фаз. Водородное охрупчивание циркониевых сплавов является одной из основных причин деградации оболочек ТВЭлов. Водород может выделяться в процессе радиолиза теплоносителя, а также в процессе коррозии сплава. Наводороживание циркониевых сплавов приводит к деградации их механических свойств, гидридному растрескиванию и коррозионному растрескиванию под напряжением. Поэтому повышение водородостойкости циркониевого сплава является важной задачей материаловедения. В настоящей работе исследуется влияние низкоэнергетичной высокоинтенсивной ионной имплантации титана на наводороживание циркониевого сплава.

Актуальность работы:

Циркониевый сплав обладает высокой коррозионной стойкостью и низким сечением поглощения тепловых нейтронов, широко используется в различных ядерных реакторах (табл. 1).

Таблица 1. Применение сплавов циркония в ядерных реакторах.

Циркониевый сплав	Тип реактора	Использование
Zr-2	Кипящий водо-водяной реактор (BWR)	Оболочка ТВЭла

Zr-4 M5 ZIRLO	Реактор с водой под давлением (PWR), реактор большой мощности канальный (РБМК)	Оболочка твэла Направляющая трубка
Zr-1Nb (Э110)	Водо-водяной энергетический реактор (ВВЭР-400, ВВЭР-1000), РБМК	Оболочка твэла
Zr-2.5Nb (Э125) Zr-2.5Nb-0.5Cu	Тяжеловодный ядерный реактор (PHWR), РБМК	Труба давления, технологическая труба

Однако известные недостатки, присущие сплавам на основе Zr, такие как быстрое окисление и образование водорода в высокотемпературном паре, не могут быть устранены путем оптимизации химического состава циркониевых сплавов и/или процессов их изготовления, что также было подчеркнуто в отчете по ядерной аварии, произошедшей на станции Фукусима-Дайити.

Скорость коррозии циркониевых сплавов увеличивается с температурой. В случае аварии с потерей теплоносителя (LOCA) температура активной зоны реактора может увеличиться свыше 1200 °С, что приведет к значительному ускорению реакций коррозии и выделения водорода. Материал, который имеет низкую коррозионную стойкость, повышает риск развития аварий, что требует замены тепловыделяющих элементов. Развитие современной атомной промышленности требуют разработки новых сплавов или защиты поверхностного слоя существующих сплавов с целью повышения выгорания топлива и увеличения ресурса обслуживания топливных сборок, а также обеспечения безопасности при работе ядерного реактора. На сегодняшний день для решения проблемы водородного охрупчивания существуют различные способы защиты циркониевых

сплавов, например, добавление стабилизирующих компонентов, напыление тонких пленок, микродуговое оксидирование, а также воздействие пучками заряженных частиц. Несмотря на многообразие методов защиты от водородного охрупчивания, данная проблема остается актуальной. Обработка поверхности сплавов может значительно повысить их коррозионную стойкость, а также безопасность эксплуатации и продлить срок службы. Нанесение тонкопленочных покрытий, а также модифицирование поверхности существенно не изменяет физико-механических свойств материалов оболочек твэлов, в то время ограничивает их контакт с теплоносителем. Одним из перспективных методов модификации микроструктуры и элементного состава поверхностных слоев материалов является ионная имплантация (ИИ), посредством которой поверхность модифицируется ускоренными ионами из плазмы. Ионы ускоряются с использованием высоковольтных импульсов, прикладываемых к мишени, либо к ускоряющей сетке. Основным преимуществом метода ионной имплантации является отсутствие проблем с адгезией по сравнению с нанесенными покрытиями. Это преимущество является одним из ключевых факторов, определяющих перспективы технологии для обработки твэлов. Однако традиционные методы ионной имплантации не позволяют сформировать толстые (больше 1 мкм) модифицированные слои, ввиду того, что они ограничены проективным пробегом ионов в материале мишени. Ввиду этого, перспективным является подход, основанный на высокоинтенсивной имплантации низкоэнергетичных ионов, где глубина модифицированного слоя может достигать десятков микрометров за счет процессов радиационной и термостимулированной диффузии при высоких плотностях ионного тока. Однако на сегодняшний день отсутствуют данные о возможности создания таких слоев на поверхности циркониевых сплавов и о механизмах взаимодействия водорода с такими структурами.

Цель работы: установить влияние ионного легирования титаном поверхностных слоев циркониевого сплава на сорбцию и захват водорода модифицированным слоем.

Для достижения цели были поставлены следующие задачи:

1. Литературный обзор, включающий в себя водородное охрупчивание и методы повышения водородостойкости циркониевых сплавов.
2. Подготовка образцов циркониевого сплава с поверхностно-легированным слоем.
3. Анализ кинетики сорбции водорода поверхностно-легированным сплавом.
4. Изучение распределения водорода в образцах.
5. Анализ выхода водорода из образцов сплава с модифицированным слоем на основе данных термодесорбционной спектроскопии.

ГЛАВА 1. Литературный обзор

1.1. Взаимодействие водорода с цирконием

Цирконий, являясь одним из наиболее химически активных металлов, легко взаимодействует со многими элементами и соединениями из окружающей среды, в частности, с кислородом, водородом, йодом, водой и другими, особенно при повышенной температуре.

Водород существенно влияет на физико-химические свойства металлов и сплавов. Его проникновение в материалы не удастся исключить, так как водород присутствует в атмосфере и водной среде в большом количестве, также по техническим условиям эксплуатации материалов. Следовательно, конструкционный материал должен обладать необходимой прочностью и пластичностью для предотвращения разрушения механических свойств.

Охрупчивание водорода относится к уменьшению вязкости или несущей способности металла после попадания избыточных атомов водорода в металл и, следовательно, разрушения (обычно субмикроскопического). Во время водородного охрупчивания водород вводится на поверхность металла, а отдельные атомы водорода диффундируют через металлическую структуру. Поскольку растворимость водорода возрастает при более высоких температурах, повышение температуры может увеличить диффузию водорода. При содействии градиента концентрации, при котором водород находится в избытке на внешней поверхности металла, диффузия водорода может происходить даже при более низких температурах. Эти отдельные атомы водорода внутри металла при превышении предела растворимости образуют хрупкие гидридные соединения, что ведет к снижению пластичности, вязкости и прочности на разрыв металла, и может вызвать развитие трещин.

1.1.1. Процесс поглощения водорода

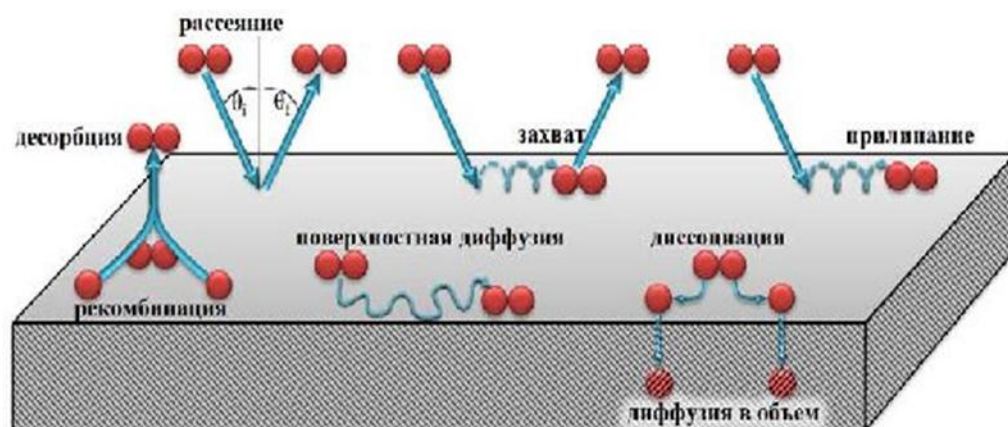


Рисунок 1 – Процесс поглощения водорода [1].

Процесс поглощения водорода, включает несколько этапов:

1. адсорбция молекул водорода;
2. диссоциация молекул водорода на поверхности;
3. диффузия в объем материала;
4. образование гидридов при достижении предела растворимости (для гидридообразующих материалов).

Физическая адсорбция основана на взаимодействии сил Ван-дер-Ваальса между молекулярным водородом и атомами адсорбента. В этом процессе молекула водорода взаимодействует с несколькими атомами адсорбента. Поскольку взаимодействие слабое, значительная физическая адсорбция имеет место только при низких температурах ($< 273 \text{ K}$) [2]. Она характеризуется обратимостью и уменьшением адсорбции при повышении температуры [3].

Химическая адсорбция (хемосорбция) - это своего рода адсорбция, которая включает в себя химическую реакцию между поверхностью и адсорбатом. Хемосорбция обычно необратима; Сравненный с физической адсорбцией, хемосорбция локализована, т. е., молекулы адсорбцией не могут двинуть вдоль поверхности адсорбента. Так как хемосорбция является химическим процессом,

требующим энергии активации порядка 40 - 120 кДж/моль, повышение температуры способствует её протеканию [3].

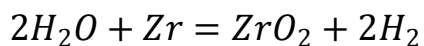
Следующая ступень в реакции взаимодействия металл-водород (М-Н) – молекула водорода диссоциирует, и атомарный водород преодолевает энергетический барьер. Этот процесс называется хемосорбцией, его энергия обычно отрицательная, её значение от -20 до -400 кДж/моль Н [4].

1.1.2. Источники водорода в циркониевых сплавах

Уже давно обнаружено, что цирконий может взаимодействовать с водородом либо во время производства сплавов, либо во время эксплуатации в ядерных реакторах. Эти источники водорода доступны по нескольким источникам [5]:

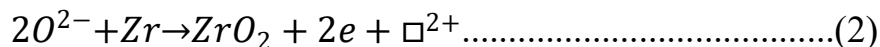
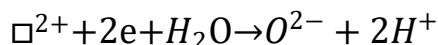
1. Водяной пар, образующийся в процессе работы.
2. Вода, адсорбированная ядерным топливом.
3. Водород, выделившийся в процессе радиолиза теплоносителя во время работы реактора.
4. Водород, образованный (n, p) реакцией материала оболочки (протон-индуцированные (p, n) реакции являются основными ядерными реакциями ускорителей для получения радионуклидов).

Среди них большая часть Н поглощается из источника (3), главным образом из-за химической реакции циркониевого сплава, используемого в качестве материала для оболочек тепловыделяющих элементов, с водой во время эксплуатации. Водород может выделяться в атмосферу в виде газа или поглощаться цирконием, вызывая водородное охрупчивание [1]. Процесс окисления может протекать по следующей реакции:



$$H_2 = 2H \dots \dots \dots (1)$$

На начальной стадии окисления молекулы H_2O адсорбируются поверхностью корродирующего образца и, захватывая электроны (по формуле 1), диссоциируют на ионы кислорода и протоны [1]:



Где \square – символ анионной (кислородной) вакансии; e – электрон. Далее кислород растворяется в металле, и когда его концентрация в поверхностном слое достигает $\sim 30\%$ (ат.) (~ 7 масс.%), на поверхности образца возникает оксидная пленка ZrO_2 [1].

1.1.3. Система Zr-H

Водород может существовать в решетке циркония в виде твердого раствора и в виде гидридных соединений. Гидридные фазы подразделяются на три типа в зависимости от количества водорода и скорости охлаждения: ZrH с метастабильной тетрагональной ГЦК решеткой, $ZrH_{1.5}$ с равновесной кубической ГЦК решеткой и ZrH_2 с тетрагональной ГЦТ решеткой (рисунок 2).

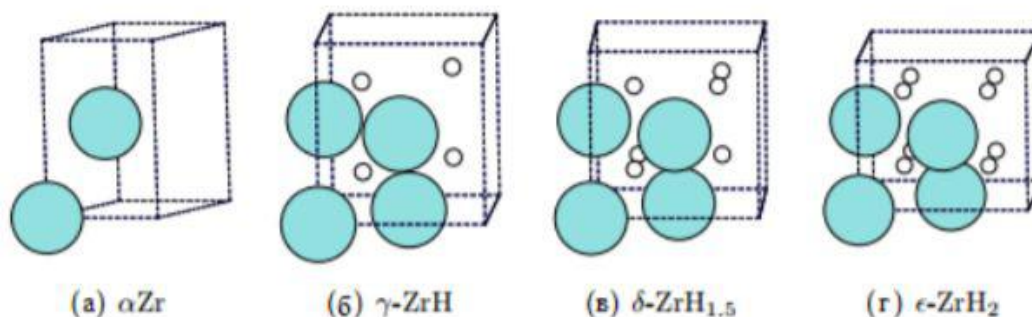


Рисунок 2 – Элементарные ячейки $\alpha\text{-}Zr$ с различными гидридными модификациями.

При разных температурах и содержании водорода в системе Zr-H имеется четыре основные фазы: твердый раствор водорода в гексагональном плотноупакованном α -Zr; твердый раствор водорода на основе объемно центрированной кубической высокотемпературной фазы β -Zr; нестехиометрический дигидрид δ -ZrH_{2-y} с гранецентрированной кубической (ГЦК) подрешеткой Zr; а также дигидрид ϵ -ZrH_{2-x} с тетрагональной (ГЦТ, $c/a < 1$), у которого область гомогенности простирается вплоть до стехиометрического состава ($x = H/Zr = 2$) [1].

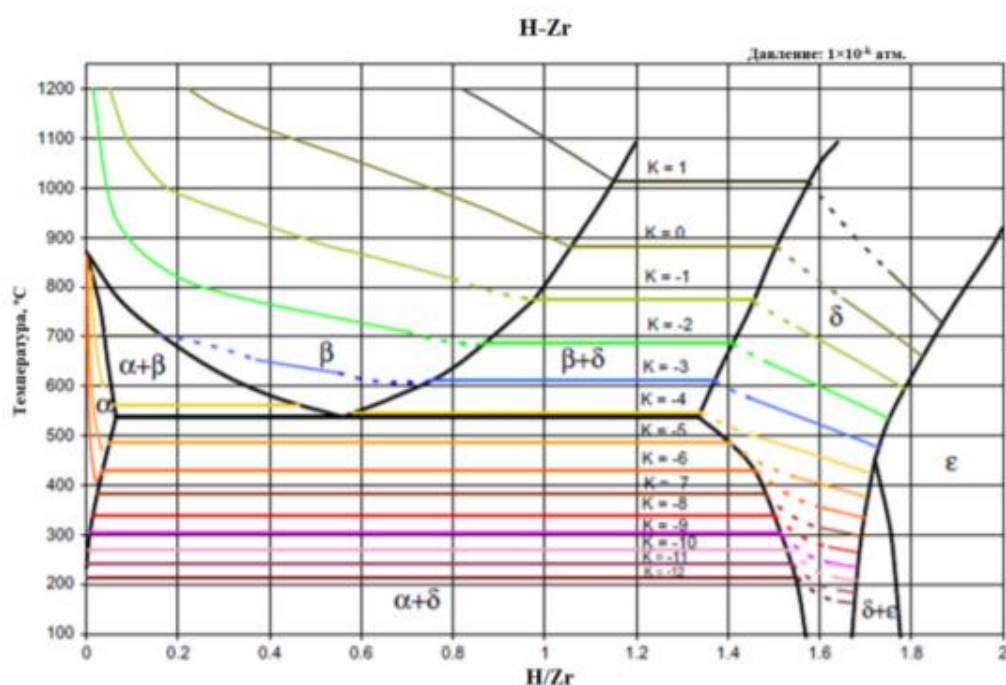


Рисунок 3 – Диаграмма фазовых состояний в системе Zr-H [6].

В α -Zr термическая растворимость водорода очень низкая, она равна ~ 6 ат. % (~ 600 ppm) при температуре эвтектидного превращения и быстро уменьшается с понижением температуры (рис. 5) [7]. При комнатной температуре термическая растворимость водорода α -Zr не превышает 1 ppm [1].

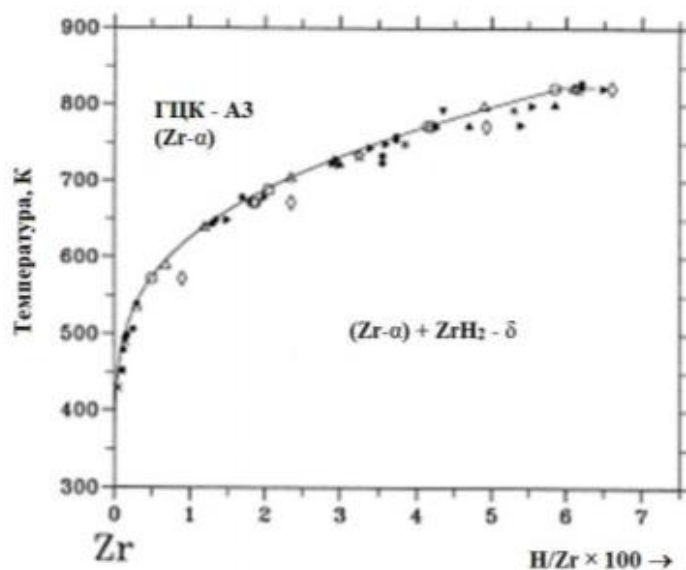
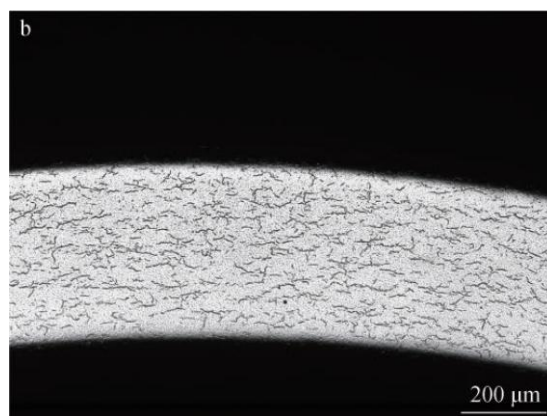
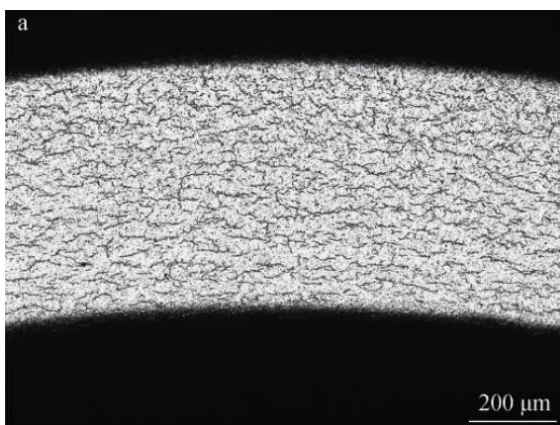


Рисунок 4 –Термическая растворимость водорода в α -Zr [7].

Многочисленные экспериментальные результаты показывают, что изменение механических свойств сплавов циркония связано с содержанием водорода, температурой испытания, ориентацией и размером гидридов. В свою очередь, влияние температуры испытания, ориентации и размера гидридов является наиболее значительным. Образование гидридов приводит к образованию микротрещин на межфазных границах.



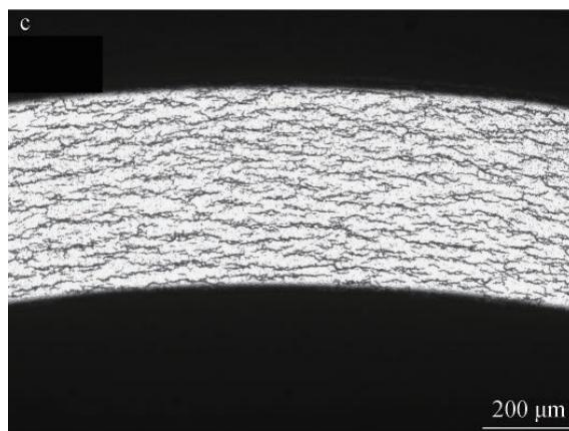


Рисунок 5 – Морфология гидридов трех оболочек из циркониевого сплава [8].
(a) Zr-Sn; (b) Zr-Nb; (c) Zr-Sn-Nb.

Три приведенных выше рисунка показывают гидридные выпадения в трех различных сплавах циркония. Распределение водорода в металлах, в том числе и сплавах, не равномерно и зависит от напряжений в металлах. Гидридное разрушение материала циркония является сложным и многофакторным процессом. Высвобождение гидрида снижает способность материала пластически деформироваться и снижает его вязкость разрушения.

В общем, разрушение гидрированных сплавов происходит в три этапа [9]:

1. образование трещин в хрупкой фазе – гидридах;
2. разрушение гидридов и выход трещин в матрицу;
3. распространение трещин в матрице.

Водород на повреждении материала из сплава циркония в основном обусловлен коррозией, водородным охрупчиванием, пузырьками. В ядерных реакторах присутствие гидрида изменяет механические свойства оболочки тепловыделяющего элемента, что приводит к снижению вязкости и прочности материала, что делает материал хрупким. Поэтому поглощение водорода и водородное охрупчивание циркониевых сплавов представляют угрозу для безопасности ядерных реакторов.

1.2. Методы повышения коррозионной и водородной стойкости

Для защиты от водородного охрупчивания, с одной стороны, изучаются альтернативы сплавам циркония, с другой стороны, разрабатываются способы повышения водородной стойкости циркониевых сплавов.

Защитное покрытие - это слой материала, нанесенный на поверхность другого материала с целью ингибирования или предотвращения коррозии. В этом случае можно получить сочетание объемных свойств подложки и поверхностных свойств нанесенного материала. Если структура или химический состав поверхностного слоя изменяется при помощи какого-либо метода, такой процесс называют модифицированием поверхности. В последние годы получили распространение множество методов нанесения покрытий и обработки поверхности. Общая классификация этих методов представлена на рис.6.



Рисунок 6 – Обзорная схема методов инженерии поверхности.

1.2.1. Нанесение защитных покрытий

При разработке усовершенствованных оболочек топливных элементов для легководных ядерных реакторов, повышение коррозионной стойкости твэла в среде теплоносителя является одной из ключевых задач для увеличения выгорания ядерного топлива, а также обеспечения устойчивости оболочек твэлов в аварийных условиях. Кроме того, ускоренное поглощение водорода наблюдалось при высоких выгораниях, что также является одним из наиболее важных вопросов, ограничивающих высокие показатели выгорания топлива с точки зрения обеспечения целостности оболочки.

В настоящее время большое количество новых сплавов на основе Zr с более высокой стойкостью к коррозии и поглощению водорода были созданы путем оптимизации металлургического состава (см. таблицу 2). Однако процесс производства сплавов на основе Zr и варьирование их состава достаточно ограничены, что не позволяет достичь существенного повышения стойкости к коррозии и наводороживанию без ухудшения физико-механических свойств сплава.

Таблица 2. Состав (масс.%), материальное состояние различных сплавов на основе Zr.

Сплавы	Sn	Fe	Cr	Nb	Другие
Zry-1	2.5	-	-	-	-
Zry-2	1.5	0.12	0.1	-	0.12O,0.05Ni
Zry-3A	0.25	0.25	-	-	-
Zry-3B	0.5	0.4	-	-	-
Zry-3C	0.5	0.2	-	-	0.2Ni
Zry-4	1.5	0.2	0.1	-	0.09-0.13O
Э110	-	-	-	0.95-1.05	≤ 0.100
Э125	-	-	-	2.20-2.60	2.20-2.60O
Э635	1.10-1.30	0.3-0.4	-	0.95-1.05	0.05-0.12O

ZIRLO	1.02	0.1	-	1.01	0.09–0.150
M5		0.05	0.015	1	0.09–0.130

Ввиду этого, технологии нанесения покрытий получили развитие и являются перспективными для повышения коррозионной стойкости циркониевых сплавов в воде и водяном паре, а также повышению стойкости к фреттинг износу оболочек в потоке теплоносителя. Одним из главных преимуществ покрытий также является экономический фактор, ввиду того, что технологию нанесения покрытий можно внедрить в существующий цикл производства сплавов, что дает возможность для их коммерческого применения в близкой перспективе. Более того, осаждение защитных покрытий на циркониевые сплавы позволяют достичь значительных показателей по повышению коррозионной стойкости сплава, в том числе и в условиях возможных аварий с потерей теплоносителя (LOCA) и повышением реактивности (RIA), а также снизить поглощение водорода. Обзор разрабатываемых покрытий для циркониевых сплавов приведен в табл. 3.

Таблица 3. Исследования покрытий на сплавах на основе Zr.

Автор (год)	Материал покрытия	Материал на основе циркония	Методы изготовления	Толщина(мкм)
Вачынски (2014)	Ti	Zry-2	Магнетронное распыление	0.0215, 0.043, 0.064
Ким и др. (2015)	Cr	Zry-4	3D лазерное плакирование	80
Wiklund и др. (1996)	Многослойный Ti / TiN	Zry-4	физическое осаждение из газовой фазы	1.0, 2.0, 3.5, 3.7
Майер и др. (2015)	Ti ₂ AlC	Zry-4	Холодный спрей	~90
Куприн и др.(2015)	Многослойный Cr-Zr/Cr/Cr-N	E110/ Zr1Nb	Вакуумно-дуговая плазменная	7

			сепарационная система	
--	--	--	-----------------------	--

Таблица 3. Исследования покрытий на сплавах на основе Zr (продолженный).

Автор (год)	Замечания
Baczynski (2014)	<ul style="list-style-type: none"> ● Ti начал оказывать положительное влияние на предотвращение окисления при высокой температуре, когда толщина слоя покрытия была увеличена до 42 нм.
Kim и т.д. (2015)	<ul style="list-style-type: none"> ● При механических и коррозионных испытаниях отшелушивания покрытий не наблюдалось. ● Трещины образовывались в покрытиях при испытаниях на растяжение и сжатие. ● Покрытый сплав демонстрировал лучшую коррозионную стойкость, чем непокрытый сплав
Wiklund и т.д. (1996)	<ul style="list-style-type: none"> ● Исследованы многослойное Ti/TiN и однослойное TiN покрытия. ● Отшелушивания не происходило ни на одном многослойном покрытии, однако на однослойном покрытии наблюдался незначительное отшелушивание. ● Все сплавы с покрытием показали гораздо меньшее гидрирование, чем сплав без покрытия.
Maier и т.д. (2015)	<ul style="list-style-type: none"> ● Покрытие обладало более высокой твердостью (800 Нк), чем Zr₄-4 (~180 Нк). ● Покрытие проявляло высокую плотность и хорошо прилипало к подложке. ● Наблюдалась защитные свойства покрытия при повышенной температуре.
Куприн и др.(2015)	<ul style="list-style-type: none"> ● На подложку последовательно нанесены слой циркониевого сплава, слой Cr₂Zr, слой Cr и слой CrN. ● Покрытие обеспечивает высокую износостойкость из-за его высокой твердости (≈27 ГПа), что связано с отсутствием дефектов и пор в покрытии.

Согласно таблице 3, для покрытий были выбраны различные материалы, толщины которых варьировались в широком диапазоне. Для нанесения покрытий на Zr сплавы использовались различные методы осаждения. Выбор методов осаждения основывается, как правило, на том, что они должны обеспечивать высокую адгезию покрытий к подложке, однородность и равномерность покрытия.

Кроме того, покрытия должны удовлетворять всем требованиям, предъявляемым к разрабатываемым покрытиям, что ограничивает выбор потенциальных материалов и технологий их осаждения на оболочки ТВЭЛОВ.

Тем не менее, осаждение защитных покрытий также имеет существенные недостатки: увеличение механической прочности при высоких температурах не может быть достигнуто за счет нанесения покрытий, необходимо обеспечить высокие адгезионные свойства покрытий в условиях эксплуатации и в аварийных условиях, а также фазовую стабильность при высоких температурах, восприимчивость к облучению и технологический процесс изготовления труб также препятствуют развитию технологий осаждения покрытий.

1.2.2. Модифицирование поверхности пучками заряженных частиц

Как указано выше, осаждение защитных покрытий имеет существенные недостатки. Ввиду этого, для повышения коррозионной стойкости циркониевых сплавов, ученые пробовали различные методы модификации поверхности.

1. Импульсные электронные пучки (ИЭП)

Энергетические пучки ионов, электронов, лазерная и плазменная обработка, являются важными методами модифицирования поверхности. Они обеспечивают источники энергии высокой плотности, которые позволяют осаждать энергию в короткие сроки на узких глубинах вблизи поверхности материалов. Среди многих доступных методов импульсные энергетические пучки особенно выгодны из-за чрезвычайно высокой мгновенной плотности энергии, короткого времени облучения и модифицирования поверхности без каких-либо изменений в материалах подложки.

В последние десятилетия интенсивно развивались методы поверхностной модификации металлических материалов импульсными концентрированными

потоками энергии. Концентрированный поток энергии, воздействующий на материал, вызывает сверхбыстрый нагрев, плавление и испарение поверхностного слоя, к которому была доставлена энергия. Динамические напряжения, возникающие в процессе обработки, приводят к интенсивным деформационным процессам в материале. По завершении энергетического импульса происходит сверхбыстрая затвердевание в зоне расплава. Эти процессы в сочетании делают возможным получение в поверхностных слоях материалов метастабильных состояний, которые могут придать материалу улучшенные физико-химические и прочностные свойства, недостижимые традиционными методами обработки поверхности.

В работе [11] показано, что после обработки импульсным электронным пучком эффект снижения накопления водорода в объеме модифицированного циркониевого сплава обусловлен образованием в поверхностном слое толщиной ~ 2 мкм мелкодисперсного мартенсита, который эффективно улавливает водород. Пластичность насыщенного водородом модифицированного сплава в течение 60 минут в 1,5 раза выше, чем наводороженного при тех же условиях исходного материала. Таким образом, деградация механических свойств модифицированных ИЭП образцов при воздействии водорода идёт медленнее, чем у исходного сплава.

2. Лазерная обработка поверхности циркония

Лазерная обработка поверхности является эффективным методом повышения твердости и износостойкости материалов. Исследование [12] показало, что после лазерной обработки поверхности заметно повышенная твердость в поверхностных областях, которые приписываются совместному вкладу от измельчения зерна, формированию плотных нанодвойников и твердого раствора Nb.

Исследования авторов [12] показали, что с помощью лазерной поверхностной обработки можно создавать слои с мелкодисперсной структурой. Существенным фактором, влияющим на структуру поверхностного слоя, является скорость охлаждения. При малых скоростях охлаждения 10^2 К/с формируются крупные зерна с плоскими границами и ячеистые зерна. Возможно присутствие крупных дендритов. С увеличением скорости охлаждения на поверхности, где достигается наибольшее переохлаждение, наблюдается мелкая равновесная структура, что связано с увеличением числа центров образования зародышей. При скоростях 10^5 - 10^6 К/с скорость роста кристаллов достигает своего максимума, при этом формируются столбчатые зерна, однако вторичные оси дендритов исчезают. При охлаждении со скоростью более 10^6 К/с скорость роста кристаллов замедляется, и на поверхности наблюдается мелкокристаллическая структура с плоским фронтом зерен, при этом дендриты вырождаются.

В работе [13] показано, что цирконий может быть нанесен с помощью лазера на подложку из сплава циркония, но также и то, что это может быть сделано только с локальным экранированием вместо замкнутой среды инертного газа. Предложены параметры обработки, подходящие для лазерного аддитивного изготовления циркония. Сочетание параметров лазерного процесса привело к ряду дефектов, таких как: недостаточная адгезия, несимметричная геометрия, сферические полости и удлиненные полости. Увеличение плотности мощности сделало оболочки более адгезионно-прочными и симметричными, в то время как увеличение времени воздействия уменьшило полости.

3. Ионная имплантация

Ионная имплантация является процессом модифицирования поверхности материала, посредством которого ионы материала имплантируются в другой твердый материал, вызывая изменение поверхностных физико-химических

свойств материалов. Оборудование для ионной имплантации включает в себя источник ионов, ускоритель (где ионы электростатически ускоряются до высокой энергии) и мишень (где ионы сталкиваются с мишенью). Энергия ионов, вид ионов и состав мишени определяют приобретенные функции и глубину проникновения ионов в металл.

Легирующие атомы, внедренные в поверхность металла, и дефекты решетки, возникающие в процессе имплантации, приводят к торможению движения дислокаций, тем самым упрочняя поверхность металла и улучшая твердость поверхности.

Особенно важно, что хотя модифицированный слой очень тонкий, но фактическая и эффективная глубина модифицированного слоя значительно больше глубины имплантированного слоя. Результаты работы [14] показали, что легированные атомы в процессе износа материала постоянно попадают внутрь подложки, что эквивалентно внутренней миграции модифицированного слоя, поэтому износостойкость модифицированного слоя может сохраняться относительно долго.

Внедрение ионов приводит к изменению микроструктуры, элементного состава и механических свойств материалов [15]. Кроме того, могут быть получены интерметаллические соединения и твердых растворов с высокой концентрацией легирующей примеси при плазменно-иммерсионной ионной имплантации (ПИИИ) [16]. Имплантация титана в цирконий, быстрорежущую сталь, алюминий и никель улучшает коррозионную стойкость, стойкость к окислению, механические и трибологические свойства [17], [18].

Сообщалось, что имплантация титана в стали, никеле и алюминии может улучшить их коррозионную стойкость, механические и трибологические свойства [16-20]. Имплантация титана улучшает окислительное и коррозионное поведение

циркония [21]. В работе [22] было показано, что обработка поверхности методом ПИИИ титана значительно снижает проникновение водорода в сплав Э125, где поглощенный водород предпочтительно захватывается в модифицированном слое.

По сравнению с другими методами модификации поверхности ионная имплантация имеет следующие преимущества:

а) практически любой легирующий элемент может быть внедрен в любой материал мишени в различных температурных условиях.

б) ионная имплантация является воспроизводимым и контролируемым методом. Распределение концентрации и глубина проникновения имплантируемых элементов в сплавах можно задавать путем регулирования энергии и дозы имплантированных ионов.

в) ионная имплантация не вызывает деформации материала-мишени. Так как ионную имплантацию можно проводить при низких температурах и при комнатной температуре, тем самым избегая тепловых дефектов, вызванных высокотемпературной диффузией, а модифицированный слой и подложка не имеют значительного интерфейса.

ГЛАВА 2. Материал и методы

2.1. Пробоподготовка

Для исследований использовался циркониевый сплав Э110, состав которого приведен в табл.4 .

Таблица 4. Состав сплава Э110 (в % от веса).

Элемент	Nb	Zr
Мин.,%	0,90	-
Макс.,%	1,10	остальное

Образцы размером 20×20×1 мм вырезались из холоднокатаного листа сплава. Пробоподготовка осуществлялась в несколько этапов:

1. Механическая шлифовка. Образцы циркониевого сплава шлифовались с использованием карбидкремниевых бумаг с маркировками по ISO 1500, 2000 и 2500 до средней шероховатости $R_a = 0,08$ мкм.
2. Промывка в ультразвуковой ванне в ацетоне. Образцы погружались в ацетон и подвергались ультразвуковой обработке в течение 15 мин для удаления органических загрязнений.
3. Отжиг в вакуумной печи при $T=580$ °С в течение 3ч (рис. 7). Отжиг необходим для релаксации внутренних напряжений в материале.

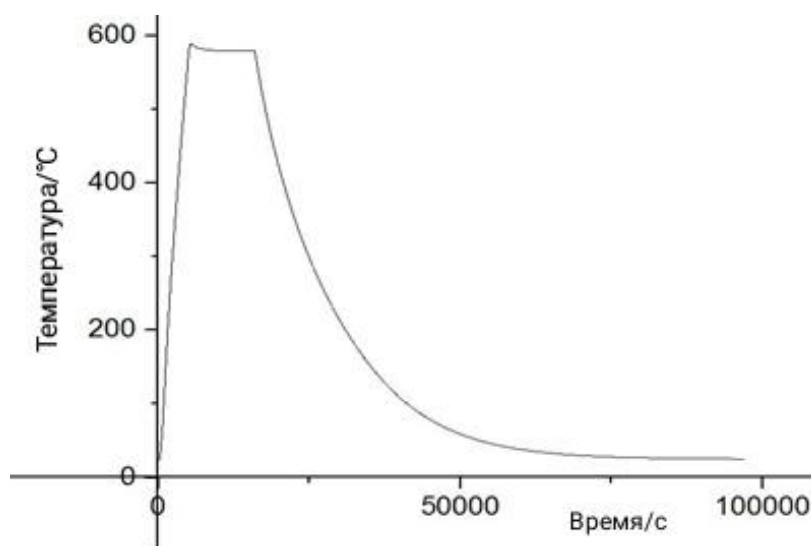


Рисунок 7 – Температурная кривая в процессе отжига.

4. Ионная имплантация

При токе разряда 100 А импульсная плотность ионного пучка составляла 120 мА/см² соответственно. Имплантация проводилась при температуре 700 °С. Параметры ионной имплантации представлены в табл. 5.

Таблица 5. Параметры ионной имплантации.

Название	Величина	Название	Величина
Ток дуги I(A)	100	Время t (мин)	60
Температура T(°C)	700	Плотность тока ионов J (мА/см ²)	120
Длительность импульса τ (мкс)	5	Частота повторения импульсов f (имп/с)	10 ⁵

Для расчета дозы имплантированных ионов титана была использована следующая формула:

$$D = 6.25 \cdot 10^{18} \cdot j \cdot t \cdot f \cdot \tau / Z$$

где j - плотность ионного тока, t - время экспозиции, f - частота повторения импульсов, τ - длительность импульса, Z - среднее зарядное состояние ионов титана (равное 2).

Рассчитанное значение дозы составило $D=6,8 \times 10^{20}$ ион/см².

2.2. Установка для ионной имплантации

Упрощенная схема экспериментальной установки для ионной имплантации показана на рисунке 8. Вакуумный дуговой разряд постоянного тока использовался для формирования плотной металлической плазмы. Ток дугового разряда составлял 100 А. Полусферическая металлическая сетка располагалась на центральной оси на расстоянии 40 см от поверхности катода. Радиус полусферы составлял 7,5 см (размер ячейки 1,4×1,4 мм). Остаточное давление в камере составляло 10^{-3} Па. Открытая поверхность полусферы с сеткой была установлена на цилиндрическом участке и была электрически соединена с ним, обеспечивая свободное дрейфовое пространство для баллистической фокусировки пучка ионов. Пластина токоприемника, или держатель образца, на который могут быть помещены мишени, располагалась в геометрическом фокусе и соединялась с импульсным генератором отрицательного смещения. Импульсный пучок ионов титана высокой интенсивности формировался путем плазменно-иммерсионного извлечения ионов из плазмы вакуумной дуги с последующей баллистической фокусировкой ионов в дрейфовом пространстве.

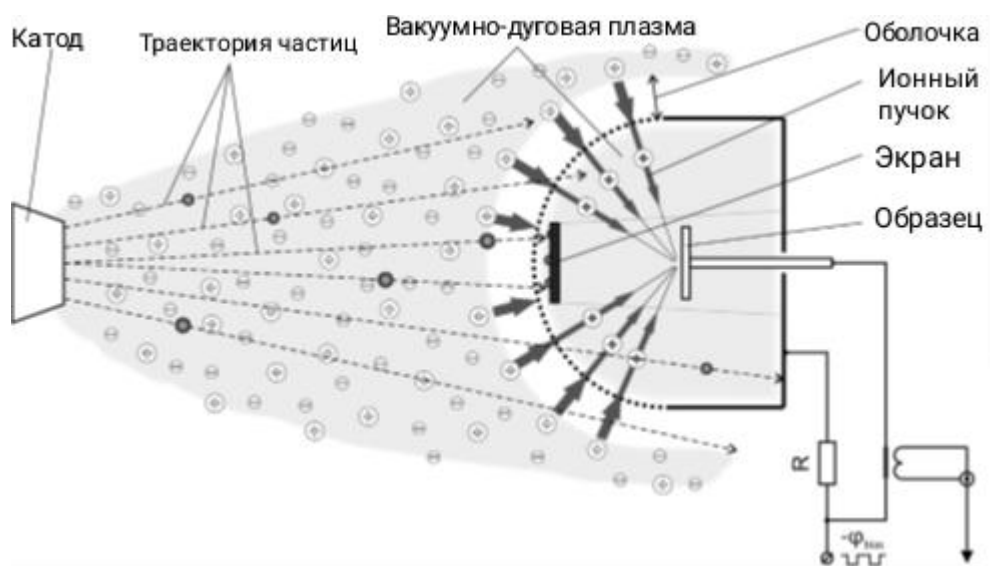


Рисунок 8 – Принципиальная схема процесса ионной имплантации.

2.3. Рентгеновский дифрактометр «XRD-7000S»

Рентгеновская дифракция является одним из важнейших неразрушающих инструментов для анализа всех видов материи - от жидкостей, до порошков и кристаллов. Рентгеновский дифрактометр состоит из рентгеновской трубки, гониометра и детектора (счётчика). Применение высокоточного вертикального гониометра позволяет проводить анализ различных образцов, таких как порошки, тонкие пленки, трудно растворимые и легкоплавкие образцы. Весь контроль за работой оборудования осуществляется посредством компьютера. Возможно одновременное измерение и обработка данных. Внешний вид установки представлен на рисунке 9.



Рисунок 9 – Внешний вид «XRD-7000S».

Метод рентгеновской дифракции используется для идентификации кристаллических фаз различных материалов и количественного фазового анализа после идентификации. Свойства материалов в значительной степени зависят от их кристаллической структуры. Поэтому методы рентгеновской дифракции широко используются в качестве незаменимого средства в исследованиях, разработке и производстве материалов.

Уравнение Брэгга является основным условием дифракции рентгеновских лучей в кристалле и отражает взаимосвязь между направлением дифракции и структурой кристалла. Его форма : $n\lambda = 2d\sin\theta$, где λ - длина волны монохроматических рентгеновских лучей, падающих на кристалл; d - расстояние между соседними кристаллографическими плоскостями; θ - угол, под которым наблюдается дифракция; n - порядок дифракции.

Принципиальная конструкция рентгеновского дифрактометра включает рентгеновский гониометр с изучаемым образцом, источник рентгеновского излучения, детектор излучения, электронное устройство для регистрации излучений и измерения [23]. На рисунке 10 представлен принцип работы установки XRD-7000.

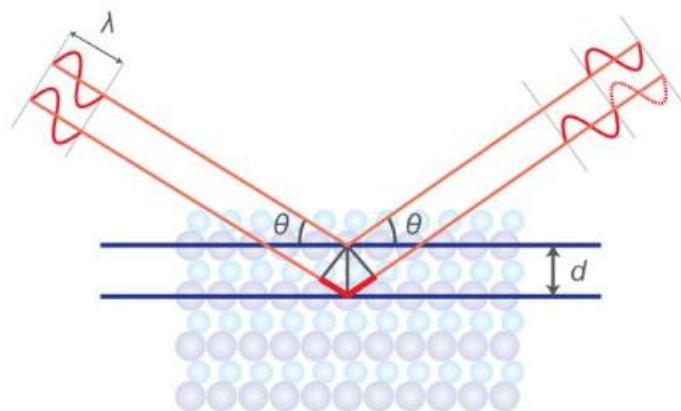


Рисунок 10 – Схема рентгеновского дифрактометра «XRD-7000S».

Параметры съемки при исследовании образцов Э110 составляли 40 кВ и 30 мА, проводилась симметричная (θ - 2θ) съемка.

2.4. Оптическая спектрометрия плазмы тлеющего разряда

Оптическая спектрометрия плазмы тлеющего разряда (GDOES) представляет собой спектроскопический метод качественного и количественного послойного анализа металлических и неметаллических твердых материалов.

Толщина анализируемых слоев варьируется от тонких слоев (<50 нм) до толстых слоев (несколько сотен мкм). Возможные образцы материалов включают металлы, полупроводники, стекло, керамику и полимеры.

GD-Profilер 2 – оптический эмиссионный спектрометр радиочастотного тлеющего разряда (RF GD-OES). В приборе сочетаются – тлеющий разряд (GD), возбуждаемый радиочастотным источником RF и спектрометр оптической эмиссии (OES) [24].

На рисунке 11 представлен внешний вид установки GD-Profilер 2.



Рисунок 11 – Внешний вид спектрометра плазмы тлеющего разряда GD-Profilер 2.

На рисунке 12 представлен принцип работы установки GD-Profilер 2. В анализе GD-OES, плазма тлеющего разряда низкого давления формируется у образца являющегося частью катода, ускоряя ход катионов в плазме к поверхности образца. Бомбардировка ионами приводит к распылению материала образца, по существу выбивая свободные атомы или молекулы анализируемого материала, которые затем втягиваются в плазму, где они возбуждаются. Характеристические фотоны, испущенные при возбуждении элементов, регистрируются спектрофотометром. Интенсивность сигнала прямо

пропорциональна содержанию элемента, присутствующего в образце, что позволяет выполнять простую калибровку и количественное определение элементов.

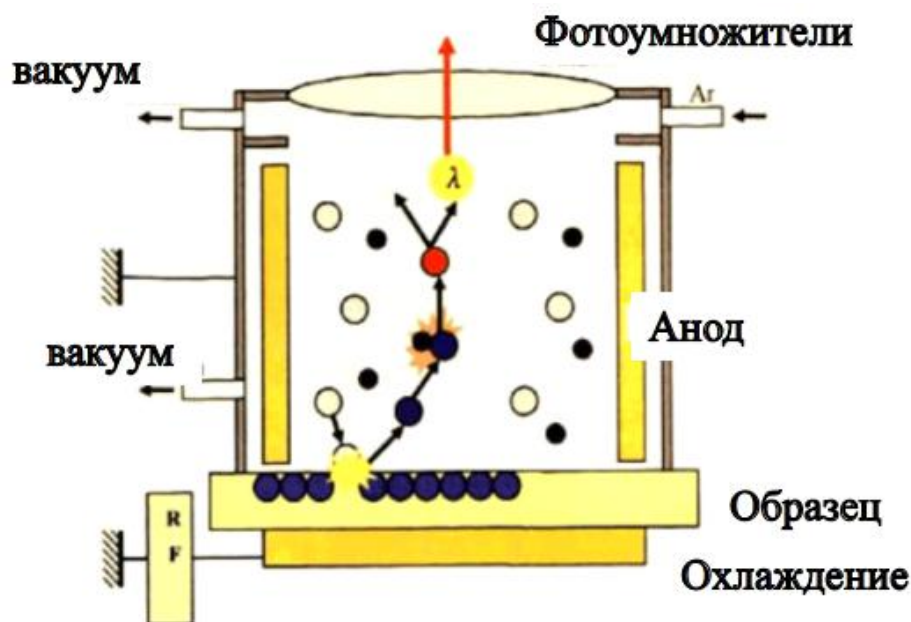


Рисунок 12 – Схема спектрометра плазмы тлеющего разряда GD-Profilер 2.

2.5. Автоматизированный комплекс Gas Reaction Controller

Комплекс Gas Reaction Controller (GRC) применяется для исследований процессов сорбции-десорбции газов в твердых телах (рис. 13). В процессе изучения сорбции водорода, в реакционную камеру с образцом напускается контролируемое количество газа, давление и температура которого контролируется и регистрируется. Количество газа, поглощенного образцом, определяется путем расчета количества оставшегося газа. GRC также позволяет изучать обратный процесс, а именно десорбцию газа. Газ может быть водородом, азотом или другими, которые будут взаимодействовать с твердым веществом.



Рисунок 13 – Внешний вид «Gas Reaction Controller».

Процесс насыщения водородом происходит следующим образом. Первоначально, исследуемый образец помещают в камеру для насыщения. После этого камеру вакуумируют и нагревают до заданной температуры с заданной скоростью нагрева. Водород напускается путем открытия соответствующих клапанов между генератором водорода и соответствующей камерой. Образцы выдерживаются необходимое время в среде водорода. После завершения процесса, производится отключение печи, и последовательно открываются клапана от вакуумного насоса для откачки водорода и остывания системы [25].

2.6. Термодесорбционный анализ

Термодесорбционный анализ представляет собой метод исследования адсорбционно-десорбционных процессов на поверхности твёрдого тела, помещённого в вакуумную камеру, путём измерения в ней давления газа или потока нейтральных частиц, десорбируемых с поверхности тела при её нагреве.

Наиболее простым и точным методом определения состояния и количества водорода в металлах является термоадсорбционная спектроскопия (ТДС) [26], отличающееся тем, что непрерывное измерение потока десорбированного водорода при постоянном нагревании с заданной скоростью. Когда молекулы или

атомы соприкасаются с поверхностью, они адсорбируются на ней, минимизируя свою энергию путем образования связи с поверхностью. Энергия связи изменяется в зависимости от сочетания адсорбата и поверхности. Если поверхность нагрета, то в какой-то момент, энергия, переданная атому адсорбата, приведет к его десорбции. Температура, при которой это происходит, называется температурой десорбции. Таким образом, ТДС показывает информацию об энергии связи. Для реализации метода ТДС используется автоматизированный комплекс Gas Reaction Controller (GRC) LPB фирмы Advanced Materials Corporation (рис.16).

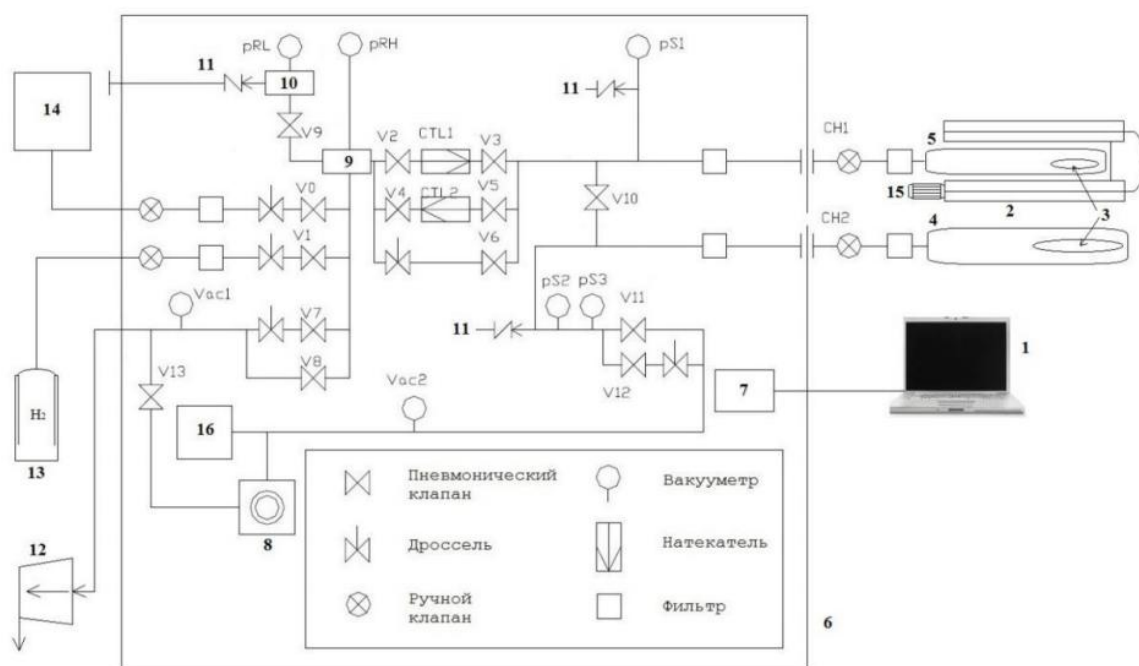


Рисунок 14 – Схема автоматизированного комплекса GRC LPB: 1 – компьютер; 2 – печь; 3 – образец; 4 – камера низкого давления; 5 – камера высокого давления; 6 – контроллер; 7 – система управления комплексом; 8 – турбомолекулярный насос; 9 – резервуар низкого давления; 10 – резервуар высокого давления; 11 – система экстренного удаления водорода; 12 – вакуумный пост; 13 – баллон с водородом; 14 – генератор водорода; 15 – система охлаждения; 16 – квадрупольный масс-спектрометр [27].

Глава 4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

В процессе поиска источников финансирования научных исследований и коммерциализации их результатов необходимым условием является оценка коммерческой ценности произведения. В то же время разработчики должны представить современное состояние и перспективы своих научных исследований.

В дополнение к техническим параметрам предыдущих разработок, чтобы пройти, нужно узнать понимание коммерческой привлекательности исследований

Целью данной главы является расчет затрат, необходимых для проведения НИОКР.

Потенциальными потребителями результатов НИР являются предприятия ядерной энергетики, энергетическое машиностроение.

Отрасль применения: атомная промышленность.

Основными сегментами данного рынка являются предприятия ядерной энергетики.

4.1. Планирование научно-исследовательских работ

Для того чтобы выполнять и планировать данную работу, сначала необходимо разделить на несколько частей, то есть на различных этапах:

1. Подготовительная фаза, выбор предмета; исследования, анализ информации по отдельным темам. Техничко-экономическое обоснование данного проекта. Рабочая группа определена;
2. Теория формирования части. Определить возможные направления исследования;
3. Осуществление экспериментов по теоретической части;

4. Количественная оценка экспериментальных исследований, выбор параметров, проведение численных моделирований;

5. Настройка параметров, разработанных после результатов приема эксперимента;

6. Выводы и рекомендации по этому вопросу, в которых результаты развития.

7. Заключительный этап. Анализ результатов исследования всей рабочей группы. Утверждение результатов. Подготовка отчетных документов.

В процессе организации реализации конкретных проектов необходимо разумно планировать ситуацию с занятостью участников и рабочее время каждого человека. В следующей таблице 8 перечислены люди и имена, вовлеченные в работу.

Таблица 8. Участники проекта.

№ раб.	Исполнители	Имя
1	Научный руководитель (НР)	Кашкаров Егор Борисович
2	Исполнитель (И)	Чжоу Цзысянь

При проведении исследований в выпускной работе необходимо строить рабочие группы для того, что достигнуть и выполнить конкретную цель. Для разных видов работ установите соответствующую должность исполнителя.

Таблица 9. Перечень работ и продолжительность их выполнения

Этапы работы	Исполнитель и	Загрузка исполнителей
Постановка целей и задач, получение исходных данных	НР	НР – 100%
Составление и утверждение ТЗ	НР	НР – 100%
Определите тему и обсудите фактическое применение, связанное с темой.	НР, И	НР – 30% И – 100%
Разработать экспериментальный план и график	НР, И	НР – 100% И – 10%

Обсуждение литературы	НР, И	НР – 30% И – 100%
Выбор структурной схемы устройства	НР, И	НР – 100% И – 50%
Выбор принципиальной схемы устройства	НР, И	НР – 100% И – 80%
Горячая обработка металлических материалов и сбор экспериментальных данных	НР	НР – 100% И – 80%
Экспериментальный анализ данных	НР, И	НР – 20% И – 80%
Оформление расчетно-пояснительной записки	НР, И	НР – 40% И – 80%
Оформление графического материала	НР, И	НР – 100% И – 80%
Подведение итогов	НР, И	НР – 60% И – 100%

4.2 Определение трудоемкости выполнения работ

Разработка графика проведения научного исследования. Время, необходимое для каждого шага работы, рассчитывается по следующей формуле:

$$t_{ож} = \frac{t_{min} + 4t_{prob} + t_{max}}{6}$$

где t_{min} – минимальная продолжительность работы, дн.;

t_{max} – максимальная продолжительность работы, дн.;

t_{prob} – наиболее вероятная продолжительность работы, дн.

$$T_{рд} = \frac{t_{ож}}{K_{вн}} \cdot K_d$$

где $t_{ож}$ – продолжительность работы, дн.;

$K_{вн}$ – коэффициент выполнения работ, $K_{вн} = 1,2$;

K_d – коэффициент, учитывающий дополнительное время на компенсацию непредвиденных задержек и согласование работ, $K_d = 1,1$

Расчет продолжительности этапа в календарных днях ведется по формуле:

$$T_{kd} = T_{rd} \cdot T_k$$

где T_{kd} – продолжительность выполнения этапа в календарных днях;

T_k – коэффициент календарности, решение по формуле:

$$T_k = \frac{T_{кал}}{T_{кал} - T_{вд} - T_{пд}} = \frac{365}{365 - 52 - 14} = 1,22$$

где $T_{кал}$ – календарные дни ($T_{кал} = 365$);

$T_{вд}$ – выходные дни по кадровым вопросам.

$T_{пд}$ – праздничные дни по кадровым вопросам.

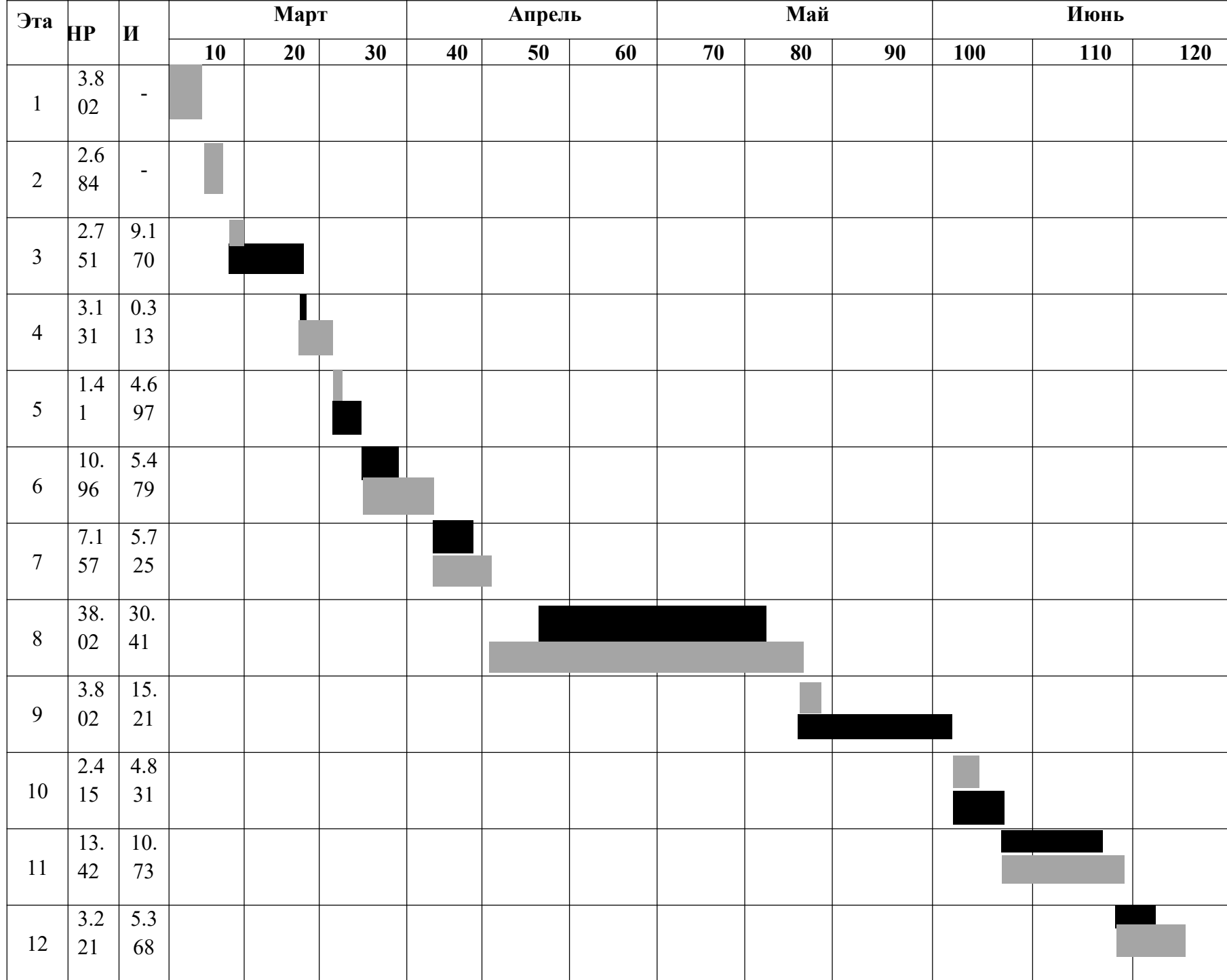
Результаты приведены в таблице 10.

Таблица 10. Временные показатели проведения научного исследования.

Этап	Исполнитель и	Продолжительность работ, дни			Трудоемкость работ по исполнителям чел.- дн.			
					$T_{рд}$		T_{kd}	
		t_{min}	t_{max}	$t_{ож}$	НР	СД	НР	СД
1	2	3	4	5	6	7	8	9
Постановка целей и задач	НР	2	4	2.4	2.62	-	3.196	-
Составление и утверждение ТЗ	НР	2	3	2.6	2.835	-	3.459	-
Определите тему и обсудите фактическое применение, связанное с темой.	НР, И	6	10	8.2	2.683	8.942	3.273	10.909
Разработать	НР, И	2	4	2.8	3.053	0.305	3.725	0.372

экспериментальны й план и график								
Обсуждение литературы	НР, И	3	6	4.2	1.374	4.58	1.676	5.59
Выбор структурной схемы устройства	НР, И	7	16	9.8	10.687	5.3435	13.038	6.519
Выбор принципиальной схемы устройства	НР, И	4	10	6.4	6.98	5.584	8.512	6.812
Подготовка образцов и сбор экспериментальны х данных	НР	9	20	12.3	13.413	10.73	16.363	13.09
Экспериментальны й анализ данных	НР, И	14	20	15.3	3.116	13.347	3.801	16.28
Оформление расчетно- пояснительной записки	НР, И	5	6	5.4	2.355	4.7	2.87	5.734
Оформление графического материала	НР, И	10	15	12	13.087	10.469 6	15.966	12.77
Подведение итогов	НР, И	4	6	4.8	3.1407	5.2345	3.83	6.386
Итого:				86.2	65.344	69.236	79.701	84.462

Таблица 11. Календарный план-график проведения НИОКР по теме.



НР – ; СД – 

4.3. Расчет сметы затрат на выполнение проекта

В состав затрат на создание проекта включается величина всех расходов, необходимых для реализации комплекса работ, составляющих содержание данной разработки. Расчет сметной стоимости ее выполнения производится по следующим статьям затрат:

- материалы и покупные изделия;
- заработная плата;
- социальный налог;
- расходы на электроэнергию (без освещения);
- амортизационные отчисления;
- командировочные расходы;
- оплата услуг связи;
- арендная плата за пользование имуществом;
- прочие услуги (сторонних организаций);
- прочие (накладные расходы) расходы.

4.3.1. Расчет затрат на материалы

В ходе формирования тонкопленочных покрытий и исследования их взаимодействий с водородом были использованы расходные материалы. Ниже в таблице 12 приведен расчет их стоимости.

Таблица 12. Материальные затраты.

Наименование	Марка, размер	Кол-во	Цена за единицу, руб.	Сумма, руб.
Спирт	100 мл (90%)	2	45	90

Двухсторонний скотч		1	70	70
Абразивная бумага для полировки	Диаметр 300мм	40	500	20000
Всего за материалы				20160
Транспортно-заготовительные расходы (3-5%)				1008
Итого по статье C_m				21168

4.3.2. Расчет заработной платы

Среднедневная тарифная заработная плата ($ЗП_{дн-т}$) рассчитывается по формуле:

$$ЗП_{дн-т} = \frac{МО}{\frac{298}{12}} = \frac{МО}{24,83}$$

Для учета в ее составе премий, дополнительной зарплаты и районной надбавки используется следующий ряд коэффициентов:

$$К_{ПР} = 1,1; К_{доп.ЗП} = 1,188; К_{р} = 1,3.$$

Поэтому необходимо добавить тарифы к базовой зарплате и оценить соответствующий коэффициент. Формула для расчета коэффициента выглядит следующим образом:

$$К_{и} = К_{ПР} * К_{доп.ЗП} * К_{р} = 1,1 * 1,188 * 1,3 = 1,699.$$

Таблица 13. Затраты на заработную плату $C_{зп}$.

Исполнитель	Оклад, руб./мес.	Среднедневная ставка, руб./раб.день	Затраты времени, раб.дни	Коэффициент	Фондз /платы, руб.
НР	26 624	887	65	1,699	98013,5

И	15 470	515	69	1,699	60409,5
Итого:					158423

4.3.3 Расчет затрат на социальный налог

Затраты на единый социальный налог (ЕСН), включающий в себя отчисления в пенсионный фонд, на социальное и медицинское страхование, составляют 30% от полной заработной платы по проекту, т.е. $C_{\text{соц.}} = C_{\text{зп}} \cdot 0,3$.

Итак, в нашем случае $C_{\text{соц.}} = 158423 \cdot 0,3 = 47526,9$ руб.

4.3.4. Расчет затрат на электроэнергию

Затраты на электроэнергию рассчитываются по формуле:

$$C_{\text{эл.об.}} = C_{\text{эл}} \cdot P \cdot F_{\text{об}}$$

где $C_{\text{эл}}$ – тариф на промышленную электроэнергию;

P – мощность оборудования, кВт;

$F_{\text{об}}$ – время использования оборудования, ч.

Таблица 14. Затраты на электроэнергию технологическую.

Используемое оборудование	Цена за 1 кВт в час	Мощность оборудования, Вт	Время использования оборудования, ч	Стоимость эл. Энергии, руб.
Вакуумная установка	5,8	2.6	24	361,92
Системный блок	5,8	0,3	750	1305
Монитор	5,8	0,45	750	7957,5

Рентгенноструктурный анализ	5,8	1	2	11,6
Спектрометр «GD-Profiler2»	5,8	1	5	29
Автоматизированный комплекс «Gas Reaction Controller»	5,8	1	42	243,6
Рентгеновский дифрактометр «XRD-7000S»	5,8	1	2	11,6
Итого				9920,4

4.3.5. Расчет амортизационных расходов

В учете затрат учитывается не только счет за электроэнергию оборудования, но и амортизация оборудования. Используется формула.

$$C_{AM} = \frac{H_A * Ц_{ОБ} * t_{рф} * n}{F_d}$$

где H_A – годовая норма амортизации; ($H_A=14,2857\%$ по приложению 1)

$Ц_{ОБ}$ – балансовая стоимость единицы оборудования с учетом ТЗР.

F_d – действительный годовой фонд времени работы соответствующего оборудования. ($301*8=2408$ ч)

$t_{рф}$ – фактическое время работы оборудования в ходе выполнения проекта, задается исполнителем проекта;

n – число задействованных однотипных единиц оборудования.

Результаты расчета амортизационных начислений показаны в таблице 15.

Таблица 15. Результаты расчета амортизационных начислений.

№ п/ п	Наименование оборудования	Цена единицы оборудования , руб (Цоб)	Общая стоимость оборудования, руб.	Время работы трф (ч)	Амортизация руб
1.	Вакуумная установка	8600	8600	24	12,24
2.	Спектрометр «GD-Profiler2»	198000	9800	5	50,87
3.	Автоматизированный комплекс «Gas Reaction Controller»	12000	12000	42	29,9
4.	Рентгеновский дифрактометр «XRD-7000S»	150000	15000	2	19,8
5.	Системный блок	14000	14000	750	622,9
6.	Монитор	15000	15000	750	667,43
	Итого		74400		1403,14

4.3.6. Расчет расходов, учитываемых непосредственно на основе платежных (расчетных) документов (кроме суточных)

Сюда относятся:

- командировочные расходы, в т.ч. расходы по оплате суточных, транспортные расходы, компенсация стоимости жилья;
- арендная плата за пользование имуществом;
- оплата услуг связи;
- услуги сторонних организаций.

Норма оплаты суточных – 100 руб./день.

Время пребывания в командировке составило 10 календарных дней (с учетом дней приезда и отъезда); оплата проживания в общежитии 50 руб./день*8 дней = 400 руб. (основные расходы за счет принимающей стороны); оплата проезда по ж.д. в обе стороны – 4720 руб.; аренда специальных приборов – 4200

руб.; почтовые расходы – 240 руб.; консалтинговые услуги – 1500 руб. Итого по данному пункту $C_{\text{нп}} = (10 - 1) \cdot 100 + 400 + 4720 + 4200 + 240 + 1500 = 11960$ руб.

4.3.7. Расчет прочих расходов

В статье «Прочие расходы» отражены расходы на выполнение проекта, которые не учтены в предыдущих статьях, их следует принять равными 10% от суммы всех предыдущих расходов, т.е.

$$C_{\text{проч.}} = (C_{\text{мат}} + C_{\text{зп}} + C_{\text{соц}} + C_{\text{эл.об.}} + C_{\text{ам}} + C_{\text{нп}}) \cdot 0,1$$

Для нашего примера это

$$C_{\text{проч.}} = (21168 + 158423 + 47526,9 + 9920,4 + 1403,24 + 11960) \cdot 0,1 = 10780,25 \text{ руб.}$$

4.3.8. Расчет общей себестоимости исследования.

Определение бюджета затрат на научно-исследовательский проект приведен в табл.16.

Таблица 16. Формирование бюджета затрат научно-исследовательского проекта.

Наименование статьи	Сумма, руб.
1. Материалы и покупные изделия	21 168
2. Основная заработная плата	158423
3. Отчисления в социальные фонды	47526,9
4. Расходы на электроэнергию	9920,4
5. Амортизационные отчисления	1403,24
6. Непосредственно учитываемые расходы	11960
7. Прочие расходы	10780,25
Итого:	118582,75

Таким образом, затраты на разработку составили $C = 118582,75$ руб. Этот эксперимент не имеет рыночного значения, только для изучения защиты материалов из сплава циркония в ядерных реакторах. Следовательно, оценка его экономической эффективности невозможно.

Глава 5. Социальная ответственность

В связи с различными чрезвычайными ситуациями, происходящими на предприятии, соответственно очень важным является обеспечение безопасности рабочих мест на предприятии, и предотвращение возможных опасных ситуаций.

Для выполнения выпускной квалификационной работы по теме взаимодействие и накопление водорода в циркониевом сплаве, подвергнутом плазменно-иммерсионной ионной имплантации титана использовали установку, которая показана в главе 2.2 для модификации образцов. В соответствии с этим данная глава предполагает рассмотрение правил безопасной работы при выполнении основных этапов нанесения покрытий, а также их последующего испытания.

Рассмотрены условия работы с установкой, выделены опасные и вредные производственные факторы, а также существующие средства и методы защиты, описаны организационные и технические мероприятия, проводимые перед началом работы.

5.1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности

5.1.1. Специальные (характерные для проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства.

- ГОСТ 12.1.045-84 Электростатические поля. Допустимые уровни на рабочих местах и требования к проведению контроля.
- ГОСТ 7399-97 Провода и шнуры на напряжение до 450/750 В.
- ГОСТ 13109-97 Нормы качества электрической энергии в системах электроснабжения общего назначения.
- ГОСТ 58571.3-94 Электроустановки зданий. Требования по обеспечению безопасности. Защита от поражения электрическим током.

- СНиП 31-110-2003 Проектирование и монтаж Электроустановок жилых и общественных зданий.

- СНиП 3.05.06-85 от 01.07.1986 г. Электротехнические устройства.

Опасность действия высокой температуры:

- ГОСТ 2408.4-98 Топливо твердое минеральное. Метод определения углерода и водорода сжиганием при высокой температуре.

- ГОСТ 12.2.007.0-75 Изделия электротехнические. Общие требования безопасности.

- ГОСТ 30331.4-95 Часть 4. Требования по обеспечению безопасности. Защита от тепловых воздействий.

- ГОСТ Р ИСО 6942-2007 Одежда для защиты от тепла и огня. Методы оценки материалов и пакетов материалов, подвергаемых воздействию источника теплового изучения.

Опасность поражения химическими веществами:

- ГОСТ Р ИСО 17491-4-2009 Одежда специальная для защиты от химических веществ.

- ГОСТ 12.0.004-90 ССБТ Организация обучения безопасности труда. Общие положения.

Опасность при работе с газовыми баллонами:

- инструкция № 2-07 по охране труда при работе с баллонами, работающими под давлением.

- ГОСТ Р ИСО 11439-2010 Газовые баллоны. Баллоны высокого давления для хранения природного газа. Технические условия.

- ГОСТ 9909-81 Основные нормы взаимозаменяемости. Резьба коническая вентилей и баллонов для газов.

Микроклимат:

- ГОСТ 30494-96 Здания жилые и общественные помещения. Параметры микроклимата в помещении.
- ГОСТ 12.1.005 Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.
- СанПиН 2.2.4.548-96 Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений.
- ГОСТ 12.1.005-88 Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.
- ГОСТ 30494-96 Здания жилые и общественные. Параметры микроклимата в помещениях.
- СНиП 23-05-95 от 01.01.1996. Естественное и искусственное освещение.
- СНиП 21-01-97 от 1998-01-01 Пожарная безопасность зданий и сооружений.

5.1.2. Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны.

Для работы на контроль газовых реакторов лиц в возрасте 18 лет, установка, последнее заявление о безопасности на рабочем месте, возможно, никаких медицинских противопоказаний.

Отдельным работникам разрешается работать самостоятельно после специальной подготовки и проверки знаний о норме и правилах работы с электроустановками, правилах безопасности при работе с газовыми баллонами, приобретенных навыках и безопасных способах выполнения работы на контроллере газовой реакции, не менее II группы электробезопасности и получение разрешения на работу с газовыми баллонами.

Повторная проверка знаний о нормах и правилах электробезопасности, правила безопасной работы с газовыми баллонами проводится с работниками не

реже одного раза в 12 месяцев, повторная инструктаж на рабочем месте - не реже одного раза в 3 месяца.

Проведение всех видов инструктажа должно быть сделано в Книге инструкций с установленной схемой с обязательными подписями лица, которое получило и выполнило инструкцию, указав дату инструкции, имя и номера инструкции для типов за работу, за которую дается инструкция.

5.2. Профессиональная социальная безопасность.

5.2.1. Анализ вредных и опасных факторов, которые может создать объект исследования.

В данной дипломной работе проводилась работа по имплантации титана в образец Э110.

По ГОСТу 12.1.007-76 ССБТ существует определенная классификация по степени воздействия на организм вредные вещества подразделяют на четыре класса опасности:

- 1-й - вещества чрезвычайно опасные;
- 2-й - вещества высокоопасные;
- 3-й - вещества умеренно опасные;
- 4-й - вещества малоопасные.

Титана относится к 3 классу опасности поскольку его ПДК составляет 10 мг/м³, также обладает фиброгенным действием. Цирконий также относится к 3 классу опасности поскольку его ПДК составляет 6 мг/м³.

Необходимо использовать индивидуальные средства защиты (перчатки, очки, защитный рабочий халат).

5.2.2. Анализ вредных и опасных факторов, которые могут возникнуть при внедрении разработки на производстве.

При внедрении разработки на производстве возможно воздействие вредных факторов таких, как показаны в таблице 1:

Таблица 17. Опасные и вредные факторы при выполнении работ по оценке технического состояния подводного перехода нефтегазопровода.

Факторы (ГОСТ 12.0.003-2015)	Этапы работ			Нормативные документы
	Разработка	Изготовление	Эксплуатация	
1. Отклонение показателей микроклимата	+	+	+	ГОСТ 12.1.003-2014 ССБГ. Шум. Общие требования безопасности[33], СанПин 2.2.4.548-96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений[34], СП 52.13330.2016 Естественное и искусственное освещение. Актуализированная редакция СНиП 23-05-95*[35], ГОСТ 12.1.030-81 ССБТ. Электробезопасность. Защитное заземление,
2. Превышение уровня шума	+	+		
3. Отсутствие или недостаток естественного света	+	+	+	
4. Недостаточная освещенность рабочей зоны		+	+	
5. Повышенное значение напряжения в электрической цепи, замыкание которой может произойти через тело человека	+	+	+	

				зануление[36].
--	--	--	--	----------------

1) Производственный шум.

В процессе работы, основные источники шума является вакуумным насосом. В соответствии с ГОСТ 12.1.003-83 допустимый уровень шума при сосредоточенной умственной работе составляет 75 дБА. Зоны с уровнем звука или эквивалентным уровнем звука выше 80 дБА обозначены знаками безопасности по ГОСТ 12.4.026 [37]. Средство для защиты от шума балансировки вращающихся деталей для применения механических зазоров в передаче зубьев подходящих смазочных материалов.

Продолжительное воздействие шума на организмы человека имеют следующие последствия:

- а) более низкая производительность;
- б) память, внимание и чувствительность к предупреждающему сигналу остроты зрения;
- в) чувствительность слуха уменьшается.

Для того, чтобы довести уровень шума до санитарных норм, соблюдать следующие правила организации работы в области имеет:

1. внутренний блок кондиционер должен людьми творческого труда, участвующих (программист), и не использовать их на полную мощность и позволяет, климатические условия отдалены;

2. использование времени прерывания МФУ (при отсутствии аварийной ситуации);

1. выполняет в блоке своевременную профилактическую компьютерную систему (тестирование и смазка движущихся частей систем охлаждения, замена чрезмерно шумных компонентов).

2) Микроклимат.

При работе установки включены охлаждающие системы и одновременно с этим процессом происходит, нагрев вакуумной камеры, что приводит к изменению микроклимата в помещении. Параметрами, характеризующими микроклимат, являются [38]:

1. температура воздуха;
2. относительная влажность воздуха;
3. скорость движения воздуха

Выполняемые работы относятся к 6 категории работ. К данной категории относятся работы с интенсивностью энергозатрат 121–150 ккал/ч (140–174 Вт), производимые сидя, стоя или связанные с ходьбой и сопровождающиеся некоторым физическим напряжением.

Температура наружных поверхностей технологического оборудования, ограждающих устройств, с которыми соприкасается в процессе труда человек, не превышает 45 °С.

Оптимальные величины показателей микроклимата на рабочих местах производственных помещений представлены в таблице 18.

Таблица 18. Оптимальные величины показателей микроклимата на рабочих местах производственных помещений

Период года	Категория работы	Температура, °С	Относительная влажность, %	Скорость движения воздуха, м/с
Холодный	средняя	19 – 24	15 - 75	≤ 0.1
Теплый	средняя	20 - 28	15 - 75	≤ 0.2

Для создания оптимальных метеорологических условий применяется кондиционер, который поддерживает оптимальные параметры микроклимата автоматически, независимо от меняющихся условий. В холодное время года для поддержания в помещении оптимальной температуры воздуха применяется отопление.

5.2.3. Обоснование мероприятий по защите персонала предприятия от действия опасных и вредных факторов.

Одним из вредных производственных факторов, действующих в цехах сервисного центра промышленной техники является шум и вибрация. При разработке технологического процесса, при организации рабочих мест следует принимать все необходимые меры по снижению шума, до значений не превышающих допустимые применением средств индивидуальной защиты по ГОСТ 12.4.051-87 [39]. В качестве средств индивидуальной защиты используют вкладыши, наушники, шлемы.

Средства и методы коллективной защиты от шума делятся на акустические, архитектурно-планировочные, организационно-технические.

К организационно-техническим методам защиты относятся применение малошумных технологий, оснащение шумных машин дистанционным управлением, использование рациональных режимов труда и отдыха.

Архитектурно-планировочные методы защиты от шума включают в себя рациональные акустические решения планировок зданий, рациональное размещение технологического оборудования, машин и механизмов.

Для устранения шума и вибрации в цехе применяются следующие мероприятия:

а) Станки, установленные на фундаменты, виброизолированные от конструкции здания;

- б) Электродвигатели станков, установленные на демпфирующие прокладки;
- в) Сопряжение всасывающих и выхлопных воздухопроводов производится при помощи гибких патрубков.

Микроклимат производственных помещений - климат внутренней среды этих помещений, который определяется действующими на организм человека сочетаниями температуры, влажности и скорости движения воздуха, а также температуры окружающих поверхностей.

В соответствии с ГОСТ 12.4.051-87 значения температуры, относительной влажности и скорости движения воздуха устанавливаются для рабочей зоны производственных помещений в зависимости от категории тяжести выполняемой работы, величины избытков явного тепла, выделяемого в помещении, и периода года.

Во всех случаях в воздухе, поступающем внутрь зданий и сооружений через приемные отверстия систем вентиляции и через проемы для естественной приточной вентиляции, содержание вредных веществ не должно превышать 30% ПДК, установленных для рабочей зоны производственных помещений.

Требуемое состояние воздуха рабочей зоны может быть обеспечено выполнением определенных мероприятий:

1. Механизация и автоматизация производственных процессов, дистанционное управление ими.
2. Применение технологических процессов и оборудования, исключающих образование вредных веществ или попадания их в рабочую зону.
3. Большое значение для оздоровления воздушной среды имеет надежная герметизация оборудования, в котором находятся вредные вещества.
4. Защита от источников тепловых излучений.
5. Устройство вентиляции и отопления.

Вытяжная вентиляция устанавливается на рабочем месте заточки инструмента, а также на рабочем месте электросварщика.

В качестве индивидуальных средств защиты у каждого рабочего должны быть защитные очки. Для удаления стружки из рабочей зоны станка – специальные крючки.

В проектируемом цехе установлено большое количество электрооборудования. Чтобы избежать поражения работающих электрическим током, оборудование необходимо заземлить.

Контурное заземляющее устройство характеризуется тем, что его одиночные заземлители размещаются по контуру площади, на которой находится заземляемое оборудование. Безопасность при контурном заземлении обеспечивается выравниванием потенциала на защищаемой территории до такой величины, чтобы максимальное значение напряжений прикосновения и шага не превышали допустимых. Это достигается путем соответствующего размещения одиночных заземлителей.

Для защиты от поражения электрическим током также применяют зануление и защитные отключающие устройства.

Занулением называется присоединение к неоднократно заземленному проводу «нулевому» питающей сетки корпусов и других металлических частей электрооборудования, которые не находятся под напряжением, но вследствие повреждения изоляции могут оказаться под напряжением.

5.3. Экологическая безопасность.

5.3.1. Анализ возможного влияния объекта исследования на окружающую среду.

Вследствие относительной инертности титана считается, что он не оказывает отрицательного влияния на окружающую среду. 100% титана можно использовать повторно, он не разрушается, и как результат этого не загрязняет окружающую среду. Другие металлы, когда подвергаются действию загрязняющих веществ окружающей среды, разъедаются или разрушаются от коррозии и выделяют ионы металла в грунтовые воды, что является причиной возникновения проблем в окружающей среде. С учетом обязательств, связанных со "спецификацией по строительству без вреда окружающей среде", преимуществами титана считаются его наибольшая степень инертности и наибольший срок службы по сравнению со всеми остальными архитектурными металлами [40].

5.3.2. Анализ влияния производственного процесса на окружающую среду

В данной работе отходами являются циркониевые порошки, полученные вследствие чистки камеры и других компонентов установки. Когда содержание циркониевого порошка в воздухе высокое, оно подвержено пожару и взрыву. Цирконий не оказывает биологического воздействия на организм человека. Металлический цирконий высоко биоинертен. Небольшое количество порошка циркония попадает в литосферу, а гидросфера оказывает незначительное влияние на окружающую среду.

5.3.3. Обоснование мероприятий по защите окружающей среды

В настоящее время одним из важных вопросов в любой сфере деятельности является вопрос экологичности. Экологичность отхода представляет собой способность отхода не оказывать отрицательного воздействия на окружающую среду за пределами допустимых значений.

В настоящий момент ведутся активные работы по переработке отходов, их утилизации или обеспечения повторного использования. Переработка является процессом деятельности, направленным на изменение физического, химического состояния отхода для дальнейшего обращения с отходами.

В данной работе отходами являются металлические порошки (алюминий, титан, медь), полученные вследствие чистки камеры и других компонентов установки.

Утилизация металлических отходов состоит из нескольких технологических операций, включающих в себя:

- демонтаж конструкций и сбор металлических отходов;
- магнитная сепарация – способ отделения магнитных материалов от немагнитных. Основан на использовании различия магнитных свойств (магнитной восприимчивости, остаточной индукции, коэрцитивной силы и др.) компонентов механической смеси в неоднородном поле постоянных магнитов или электромагнитов;
- транспортировку отходов на перерабатывающее предприятие (ООО "Интерпром", ООО «ЭКОМЕДСЕРВИС», ООО "ПТК "Мегалион" и т.д.);
- проверка металлических отходов (в т.ч. дозиметрическая). Суть проверки исключить возможность приема и продажи металлического лома, который имеет радиоактивное загрязнение или локальные источники, организации (физические и юридические лица).

5.4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях

Чрезвычайная ситуация (ЧС) – обстановка на определенной территории, сложившаяся в результате аварии, опасного природного явления, катастрофы, стихийного или иного бедствия, которые могут повлечь или повлекли за собой человеческие жертвы, ущерб здоровью людей или окружающей природной среде, значительные материальные потери и нарушение условий жизнедеятельности людей. ЧС бывают техногенные и природные. Техногенные ЧС вызваны производственной деятельностью человека, в то время как природные ЧС возникают по причине природных явлений и процессов. Так, к техногенным чрезвычайным ситуациям относятся пожары и взрывы на производстве, аварии с выбросом химически опасных или радиоактивных веществ и т.д. Природные ЧС могут возникнуть ввиду наводнения, заморозка, урагана и т.д. Рассмотрим две наиболее типичных чрезвычайных ситуации, которые могут произойти на предприятии.

5.4.1. Анализ вероятных ЧС, которые может инициировать объект исследований и возникнуть при производстве объекта исследования на производстве

Первый случай: остановка производства в результате сильных морозов.

Второй случай: диверсия.

Третий случай: Пожар.

5.4.2. Обоснование мероприятий по предотвращению ЧС и разработка порядка действия в случае возникновения ЧС

Для сильных морозов:

1.Повышение устойчивости системы электроснабжения. В первую очередь целесообразно заменить воздушные линии электропередач на кабельные (подземные) сети, использовать резервные сети для запитки потребителей, предусмотреть автономные резервные источники электропитания объекта (передвижные электрогенераторы).

2.Использование запасных автономных источников теплоснабжения, заглубления теплотрасс.

3.Обеспечение устойчивости систем водоснабжения (устройство дублирования водопитания, кольцевание системы, заглубление водопроводов, обустройство резервных емкостей и водохранилищ, очистка воды от вредных веществ и т.п.).

4.Обеспечение устойчивости системы водоотведения. Повышение устойчивости системы канализации достигается созданием резервной сети труб, по которым может отводиться загрязненная вода при аварии основной сети. Насосы, используемые для перекачки загрязненной воды, комплектуются надежными источниками электропитания.

Для обеспечения безопасности работника, предотвращения хищений и проникновении посторонних лиц на предприятие следует использовать ряд мер безопасности:

1.Организовать контрольно-пропускной пункт.

2.Установить системы видеонаблюдения в производственных цехах, а также на всех входах и выходах из здания.

3.Установить оповещающие системы безопасности при несанкционированном проникновении на предприятие в нерабочее время.

Для пожара:

Используемое помещение относится к категории Б по пожарной и взрывопожарной опасности, так в данном помещении расположены горючие

легковоспламеняемые материалы, также баллоны с газами. Помещение, в котором находится установка, оснащено аварийными выходами, обеспечено средствами пожаротушения, сигнализацией оповещения пожара. План эвакуации представлен на рисунке 20.

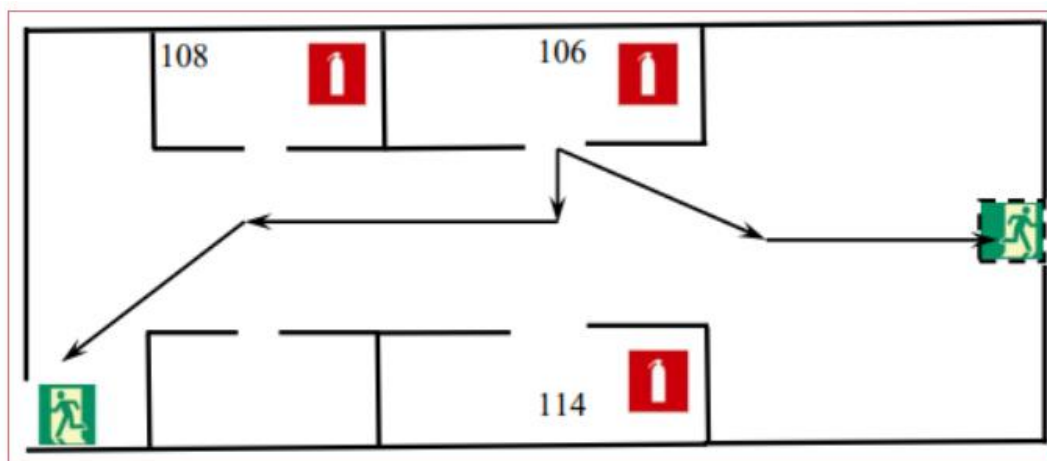


Рисунок 20 – План эвакуации рабочих помещений.

Работники допускаются к работе только после прохождения инструктажа о мерах пожарной безопасности, во всех помещениях вывешены таблички с указанием номера телефона вызова пожарной охраны и таблички с направлением пути эвакуации и план эвакуации.

В лаборатории расположены огнетушители порошковые ОП-4(з)-ABCE-02 (предназначен для тушения твердых, жидких и газообразных веществ и электроустановок до 1000 вольт) [41, 42].

Причинами возникновения пожара могут быть:

1. Нарушение правил эксплуатации электрического оборудования;
2. Курение в неустановленных местах;
3. Перегрузка электрических сетей;
4. Нарушение правил пожарной безопасности;
5. Неправильное хранение возгорающих веществ.

Вывод по главе 5: в данной главе рассмотрены условия работы с установкой, выделены опасные и вредные производственные факторы, а также существующие средства и методы защиты, описаны организационные и технические мероприятия, проводимые перед началом работы.

Заключение

В работе установлено влияние высокоинтенсивной имплантации титана на структуру циркониевого сплава Э110. Также проведена оценка защитных свойств модифицированного слоя от проникновения водорода.

Показана принципиальная возможность формирования глубоких имплантированных слоев при высокоинтенсивной ионной имплантации титана. Было установлено, что ионная имплантация титана с дозой $6,8 \times 10^{20}$ ион/см² приводит к формированию твердорастворных фаз $Zr_{0.5}Ti_{0.5}$ и $Zr_{0.7}Ti_{0.3}$, содержание которых составляет 42 % и 53 % соответственно. Толщина сформированного модифицированного слоя составила более 10 мкм.

Формирование поверхностного легированного титансодержащего слоя методом высокоинтенсивной ионной имплантации приводит к снижению наводороживания циркониевого сплава Э110. Скорость сорбции водорода сплавом после имплантации составила $1,9 \times 10^{-4}$ см³ H₂/(с·см²), что в 6,1 раз меньше, чем необработанного сплава.

Установлено, что формирование модифицированного TiZr слоя обеспечивает более низкую температуру десорбции водорода и снижает вероятность образования гидридов в поверхностном слое сплава.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

- [1] Т.П. Черняева, А.В. Остапов. Научно-технический комплекс // «Ядерный топливный цикл» ННЦ ХФТИ, Харьков, Украина. – 2013. – № 5(87). – С. 16-28.
- [2] A. Zuttel. Materials for hydrogen storage // Materials Today. – 2003. – Vol. 6(9). – P. 24-33.
- [3] A. Zuttel, A. Borgschulte, and L. Schlapbach. Hydrogen as a future energy carrier // WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. Weinheim, 2008. – P. 37.
- [4] Zheng Jian. Study on the behavior of hydrogen and helium in zirconium alloys // USTC. – 2015. – P. 35.
- [5] С. И. Левченков. Физическая и коллоидная химия [Электронный ресурс] // Кафедра физической и коллоидной химии ЮФУ. – 2003. – С. 16. URL: <http://www.physchem.chimfak.rsu.ru/Source/PCC/index.html> (дата обращения: 01.03.2008).
- [6] K.A. Terrani, M. Balooch, D. Wongsawaeng, S. Jaiyen, D.R. Olander. The kinetics of hydrogen desorption from and adsorption on zirconium hydride // Journal of Nuclear Materials. – 2010. – Vol. 397. – № 1-3. – P. 61- 68.
- [7] N. Dupin, I. Ansara, C. Servant, C. Toffolon, C. Lemaignan, and J. C. Brachet. A thermodynamic database for zirconium alloys // Journal of Nuclear Materials. – 1999. – Vol. 275. – № 3. – P. 287-295.
- [8] Ma Linsheng. Performance Analysis of Zirconium Alloys for Nuclear Reactors // Metal World. – 2014. – Vol. 5. – P. 40.
- [9] J. M. Poate, G. Fotti, and D. C. Jacobson. Surface Modification and Alloying by Laser, Ion, and Electron Beams // Plenum. – New York. – 1983. – P.34.
- [10] Pushilina N. S. et al. Microstructure changes in Zr–1Nb alloy after pulsed electron beam surface modification and hydrogenation // Surface and Coatings Technology. – 2015. – Vol. 284. – С. 63-68.

- [11] Linjiang Chai, Hao Wu. Characterization of microstructure and hardness of a Zr-2.5Nb alloy surface-treated by pulsed laser // *Materials Chemistry and Physics*. – 2017. – P. 2.
- [12] Галимов Э.Р., Тарасенко Л.В., Унчикова М.В., Абдуллин А.Л. Методы поверхностной лазерной обработки: автореф. дис. ... д-ра психол. наук. Казань, 2012. – С. 50-87.
- [13] Arshad Harooni et al. Processing window development for laser cladding of zirconium on zirconium alloy // *Journal of Materials Processing Technology*. – 2016. – Vol. 230. – P. 263-271.
- [14] Lewis M. B. Deuterium-defect trapping in ion-irradiated zirconium // *Journal of Nuclear Materials*. – 1984. – Vol. 125. – № 2. – С. 152-159.
- [15] S.T. Picraux. Physics of ion implantation (ion cascade processes & physical state of the implanted solid) // *Proceedings of NATO Advanced Study, Institute on Surface Engineering, Martinus Nijhoff*. – 1984, – P. 3.
- [16] I. Tsyganov, E. Wieser, W. Matz, A. Mucklich, H. Reuther, M.T. Pham, E. Richter. Phase formation in aluminium implanted titanium and the correlated modification of mechanical and corrosive properties // *Thin Solid Films*. – 2000. – Vol. 376. – P. 188-197.
- [17] P.J. Evans, J. Hyvarinen, M. Samandi. Surface modification of austenitic stainless steel by titanium ion implantation // *Surf. Coat. Technol.* – 1995. – Vol. 71. – P. 151-158.
- [18] D. Zhang, F.S. Qinyong, Z.S. Haomin, M. Geng, X. Zeng, P.K. Chu. Low vacuum MEVVA titanium and nitrogen co-ion implantation into D2 steel substrates // *Surf. Coat. Technol.* – 2004. – Vol. 185. – P. 264-267.
- [19] A.A. Youssself, P. Budzynski, J. Filiks, B. Kamienska, D. Maczka. Tribological properties of Ti-implanted duralumin and stainless steel // *Vacuum* 68. – 2003. – P. 131-137.

- [20] A.W. Eberhardt, R. Pandey, J.M. Williams, J.J. Weimer, D. Ila, R.L. Zimmerman. The roles of residual stress and surface topography on hardness of Ti implanted Ti6Al4V // *Mater. Sci.* – 1997. – Vol. 229. – P.147–155.
- [21] D.Q. Peng, X.D. Bai, F. Pana, H. Sun, B.S. Chen. Influence of titanium ions implantation on corrosion behavior of zirconium in 1 M H₂SO₄ // *Appl. Surf. Sci.* – 2006. – P. 106.
- [22] E.B. Kashkarov, N.N. Nikitenkov, M.S. Syrtanov, A.N. Sutygina, I.A. Shulepov, A.M. Lider // *Appl. Surf. Sci.* – 2016. – Vol. 370. – P. 142-148.
- [23] Moore, D. M. and R. C. Reynolds, Jr. X-Ray diffraction and the identification and analysis of clay minerals (2nd Ed.) // Oxford University Press. – New York. – 1997.
- [24] M. Baak, Th. Nelis, G. Tschop. Oberflächenanalyse an dünnen Schichten // *Oberflächen Polysurfaces.* – 2011. – № 5, – P. 21.
- [25] Чжан Ле. Водородопроницаемость покрытий нитрида титана, полученных методом вакуумно-дугового осаждения: автореф. дис. ... д-ра биол. наук. –Томск. – 2016.
- [26] F. Von Zeppelin, M. Haluska, M. Hirscher. Thermal desorption spectroscopy as a quantitative tool to determine the hydrogen content in solids // *Thermochimica Acta.* – 2003. – Vol. 404. – P. 251-258.
- [27] В.Н. Кудияров, А.М. Лидер. Изучение процессов сорбции и десорбции водорода при помощи автоматизированного комплекса Gas Reaction Controller LP. // *Фундаментальные исследования.* – 2013. – №10. – С. 3466-3468.
- [28] Ma, M. et al. Phase transformations of titanium hydride in thermal desorption process with different heating rates // *Int. J. Hydrog. Energy.* – 2015. – Vol. 40, – P. 8926–8934.
- [29] Suwarno, S.; Yartys, V.A. Kinetics of hydrogen absorption and desorption in titanium // *Bull. Chem. React. Eng. Catal.* – 2017. – № 12. – P. 312–317.

- [30] Laptev R.S., Syrtanov M.S., Kudiiarov V.N., Shmakov A.N., Vinokurov Z.S., Mikhaylov A.A., Zolotarev K.V. In Situ Investigation of Thermo-stimulated Decay of Hydrides of Titanium and Zirconium by Means of X-ray Diffraction of Synchrotron Radiation // *Physics Procedia*. – 2016. – Vol. 84, – P. 337–341.
- [31] Jiménez, C.; Garcia-Moreno, F.; Pfretzschner, B.; Klaus, M.; Wollgarten, M.; Zizak, I.; Schumacher, G.; Tovar, M.; Banhart, J. Decomposition of TiH₂ studied in situ by synchrotron X-ray and neutron diffraction. *Acta Mater.* – 2011. – Vol. 59. – P. 6318–6330.
- [32] Ma, M.; Liang, L.; Tang, B.; Xiang, W.; Wang, Y.; Cheng, Y.; Tan, X. Decomposition kinetics study of zirconium hydride by interrupted thermal desorption spectroscopy. *J. Alloys Compd.* – 2015. – Vol. 645. – P. 217–S220.
- [33] ГОСТ 12.1.003-2014 ССБГ. Шум. Общие требования безопасности.
- [34] СанПин 2.2.4.548-96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений.
- [35] СП 52.13330.2016. Естественное и искусственное освещение. Актуализированная редакция СНиП 23-05-95*.
- [36] ГОСТ 12.1.030-81 ССБТ. Электробезопасность. Защитное заземление, зануление.
- [37] СанПиН 2.2.4.548-96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений. Минздрав России. – Москва. – 1997.
- [38] ГОСТ 12.1.002-84. Электрические поля промышленной частоты. Допустимые уровни напряженности и требования к проведению контроля на рабочих местах. Издательство стандартов. – Москва. – 1984.
- [39] ГОСТ 12.1.006-84. Система стандартов безопасности труда. Электромагнитные поля радиочастот. Допустимые уровни на рабочих местах и требования к проведению контроля. Издательство стандартов. – Москва. – 1984.

- [40] ГОСТ Р ИСО 1410-2010. Экологический менеджмент. Оценка жизненного Цикла. Принципы и структура.
- [41] Федеральный закон Российской Федерации от 22 июля 2008 г. № 123-ФЗ "Технический регламент о требованиях пожарной безопасности".
- [42] ПБ 03-576-03. «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением».

Приложение 1

14 3219000	8	Специальное технологическое оборудование для производства электронной и радиотехники
------------	---	--

Амортизационная группа	Срок полезного использования основного средства в годах	Срок полезного использования основного средства в месяцах	Годовая норма амортизации для целей бухучета (линейный способ, способ уменьшаемого остатка), %	Месячная норма амортизации для целей налогового учета (линейный способ), %
Первая группа – все недолговечное имущество со сроком полезного использования от 1 года до 2 лет включительно	1,5	18	66,6667	5,5556
	2	24	50	4,1667
Вторая группа – имущество со сроком полезного использования свыше 2 лет до 3 лет включительно	2,5	30	40	3,3333
	3	36	33,3333	2,7778
Третья группа – имущество со сроком полезного использования свыше 3 лет до 5 лет включительно	4	48	25	2,0833
	5	60	20	1,6667
Четвертая группа – имущество со сроком полезного использования свыше 5 лет до 7 лет включительно	6	72	16,6667	1,3889
	7	84	14,2857	1,1905
Пятая группа – имущество со сроком полезного использования свыше 7 лет до 10 лет включительно	8	96	12,5	1,0417
	9	108	11,1111	0,9259
	10	120	10	0,8333
Шестая группа – имущество со сроком полезного использования свыше 10 лет до 15 лет включительно	11	132	9,0909	0,7576
	12	144	8,3333	0,6944
	13	156	7,6923	0,641
	14	168	7,1429	0,5952
	15	180	6,6667	0,5556